ÜBER EINE NEUE METHODE DER ROHFASERBESTIMMUNG

VON DER KGL. TECHNISCHEN HOCHSCHULE ZU MÜNCHEN ZUR ERLANGUNG DER WÜRDE EINES DOKTORS DER TECHNISCHEN WISSENSCHAFTEN (DOKTOR-INGENIEURS) GENEHMIGTE DISSERTATION

Vorgelegt

von

Diplom-Ingenieur
HANS STIEGLER
aus
Solnhofen

ACAD. LUGD. BAT. BIBL.

Referent:
Prof. Dr. C. J. Lintner.

Korreferent:
Professor Dr. A. Lipp.

PARCHIM i. M.

DRUCK VON H. FREISE, SPEZIALDRUCKEREI FÜR Dr.-DISSERTATIONEN.

MEINEN ELTERN!

Vorliegende Arbeit wurde im Gärungschemischen Laboratorium der Kgl. Technischen Hochschule zu München ausgeführt.

Es ist mir eine angenehme Pflicht, meinem hochverehrten Lehrer Herrn Geheimen Hofrat Prof. Dr. C. J. Lintner, auf dessen Veranlassung und unter dessen liebenswürdiger Leitung diese Arbeit entstand, für das meinen Studien entgegengebrachte Interesse meinen ergebensten Dank auszusprechen.

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546317_0044

EINLEITUNG.

Es ist das Verdienst von Henneberg und Stohmann, die erste quantitative Bestimmungsmethode für Zellulose (Rohfaser) geschaffen zu haben. Diese Rohfaserbestimmung hat sich bis auf den heutigen Tag behauptet, trotzdem unterdessen viele andere Rohfaser- und Zellulosebestimmungsmethoden entstanden sind. Sie gelangte zuerst in der Landwirtschaftlichen Versuchsstation Weende zur Ausführung und hat daher auch den Namen Weender Methode erhalten. Nach der Vorschrift derselben werden von der Substanz die Nichtzellulosen gelöst durch Erhitzen mit $1^1/_4$%iger H_2SO_4, Wasser, $1^1/_4$%ig. KOH, hierauf wieder mit Wasser und alsdann durch Auswaschen mit Alkohol und Aether.

Verbessert wurde diese alte Weendermethode von Fr. Holdefleiß [1]) dadurch, daß das Erhitzen mit Wasserdampf in einem birnenförmigen Gefäß vorgenommen wurde, auf dessen Boden sich als Filtriermasse langfaseriger ausgeglühter Asbest in der Abflußöffnung befindet. Später wurde der Asbest durch Glaswolle ersetzt.

Da nach diesen Methoden teilweise sehr unreine Zellulose resultiert, so glaubte Schulze [2]) aus Pflanzen-

[1]) Landw. Jahrb. 6. Suppl, 101.; Zeitschr. f. anal. Chemie 16, 498.
[2]) Centralblatt 1887. S. 321.

geweben reinere zu erhalten durch 14tägige Maceration derselben mit einer Lösung von $KClO_3$ in HNO_3, was ihm auch gelang. Nur war die erhaltene Zellulose sehr chlorhaltig; deshalb sah sich Henneberg [1]) veranlaßt, die Methode von F. Schulze in der Weise zu modifizieren, daß er die mit HNO_3 und $KClO_3$ 14 Täge lang in der Kälte behandelte Zellulose bei 60° mit NH_3 digerierte. Das Auswaschen geschah mit Wasser, Alkohol und Aether.

S. Zeisel und M. J. Stritar [2]) wendeten als Oxydationsmittel statt $KClO_3$ $KMnO_4$ und W. Hoffmeister [3]) statt HNO_3 HCl an.

Bei der zuerst von Gerhard Lange [4]) veröffentlichten Zellulosebestimmung wurde die Substanz mit viel konz. Kalilauge allmählich auf 180° in einer tubulierten Retorte im Oelbad erhitzt, bei der später von ihm vereinfachten Methode [5]) in einem Porzellantiegel von 65 mm Höhe. Hierauf wurde nach Verdünnen mit Wasser, Ansäuern mit H_2SO_4 und Versetzen mit NaOH bis zur schwachen alkalischen Reaktion die Masse zentrifugiert (um die Flüssigkeit vom Niederschlag leicht abgießen zu können), mehrmals mit heißem Wasser ausgewaschen und wieder zentrifugiert.

---

[1]) Annalen d. Chem. u. Pharm. Band 146. S. 130.

[2]) Ber. Dtsch. chem. Ges. 35. 1252—55. 12/4.

[3]) 60. Naturf. Vers. zu Wiesbaden; Sektion f. Landwirtschaftl. Versuchswesen. 20. Sept. Tageblatt 193.

[4]) Zeitschr. f. physiol. Chemie 14. 283—88; C. 90. I. 837

[5]) Zeitschr. f. physiol. Chemie 1895. 561—63.

Eine Modifikation der vorhergehenden Methode ist die Zellulosebestimmung von Simon-Lohrisch [1]); hier wird die Substanz nach 1stündigem Erhitzen mit 50%ig. KOH im Wasserbad und nach dem Erkalten mit 3—4 ccm 30%ig. H_2O_2 versetzt und erwärmt und dann durch Zusatz von $^1/_2$ Volumen 96%ig. Alkohol die etwa in Lösung gegangene Zellulose zur Fällung gebracht.

Arthur Scheunert und E. Lötsch [2]) haben nachgewiesen, daß die Verwendung von hochprozentigem KOH wie bei der Langeschen Methode die Zellulose mehr oder weniger angreift und verändert, noch mehr ist dies der Fall bei der gleichzeitigen Verwendung von hochprozentigem H_2O_2 wie bei der Simon-Lohrischschen Methode. Sie betrachteten daher die Anwendung von H_2O_2 in konz. Lösung bei Zellulosebestimmungen als unzulässig; deshalb wendeten sie bei ihrer Modifikation der Zellulosebestimmung nur konz. KOH an.

J. König [3]) hat zwei Modifikationen zur Rohfaserbestimmung angegeben; bei der einen wird die Substanz mit Glyzerinschwefelsäure unter Druck im Autoklaven erhitzt, bei der andern ohne Autoklaven gekocht.

Er arbeitete ferner eine sehr interessante Methode aus, welche neben der Zellulose die Bestimmung von Lignin und Kutin ermöglicht.

---

[1]) Zeitschr. f. physiol. Chemie 42. 55; C. 1904. II. 618.

[2]) Zeitschr. f. physiol. Chemie 65. 219—32. 4/4.

[3]) Zeitschr. f. Unters. d. Nahr. u. Genußmittel 1. (1); C. 98. I 420.

Bei diesen Bestimmungen[1]) wird die Rohfaser zuerst mit 30%ig. H_2O_2 und konz. NH_3 behandelt, um das Lignin hinweg zu oxydieren und dann mit Schweizerschem Reagens zur Bestimmung der Zellulose; zurück bleibt das Kutin. Es ist dann Rohfaser-(Zellulose + Kutin) = Lignin.

Außer diesen kurz erwähnten Rohfaser- und Zellulosebestimmungsmethoden sind im Laufe der Zeit noch manche andere Methoden und Modifikationen entstanden, die aber von geringer Bedeutung sind und kaum mehr zur Anwendung gelangen.

Schon diese große Anzahl der Methoden und das Bestreben der letzten Jahre, stets neue zu schaffen oder die zahlreichen bestehenden zu verbessern, tut dar, wie wenig die vorhandenen den an sie gestellten Anforderungen gerecht werden.

Es muß ja zugestanden werden, daß es nicht leicht, wenn nicht gar unmöglich ist, eine quantitativ exakte und einwandfreie Zellulosebestimmung auszuarbeiten. Haben wir es ja hier mit Körpern von komplizierter Konstitution zu tun, welch' letztere überdies noch unbekannt ist[2]), mit Stoffen, die außerdem der konstanten Zusammensetzung entbehren, wie z. B. die Lignine und die Zellulosen selbst, von denen sicher viele Uebergänge zu den Hemizellulosen existieren. Da aber die Zellulosebestimmungen schließlich alle darauf hinauslaufen durch Entfernung

---

[1]) Zeitschrift f. Unters. d. Nahr. und Genußmittel 6. (769). C. 1903. II. 1147 und Zeitschr. f. Unters. d. Nahr. und Genußmittel 12. 385—95. 1/10.

[2]) Zd. H. Skraup Monatsschr. f. Ch. 26. 1415 (1905).

der Fremdkörper und inkrustierenden Bestandteile mit verschiedenen Reagentien die Zellulose schließlich als Rückstand rein zu erhalten, so ist zu beachten, daß erstens die Art der vorliegenden Zellulosen von Bedeutung ist, insofern verschiedene Zellulosen mit gleichen Lösungsmitteln verschieden reagieren, beispielsweise Filtrierpapierzellulose sich einem Lösungsmittel gegenüber anders verhält als Watte- und Strohzellulose, diese wieder verschieden von jener der Nahrungs- und Futtermittel; zweitens werden verschiedene Zellulosen mit verschiedenen Lösungsmitteln erst recht in verschiedene Reaktion treten und drittens ist die Konzentration der angewandten Lösungsflüssigkeiten wie bei allen quantitativen Arbeiten von Einfluß, ebenso wie auch alle andern Faktoren als Temperatur, Dauer der Einwirkung, Druck und dergl. mehr.

Hieraus erhellt, daß bei Anwendung der verschiedenen Zellulosebestimmungsmethoden auf ein und dieselbe Substanz ganz erhebliche Differenzen im Zellulosewert sich zeigen können, wie umgekehrt aus gleichem Grunde ein und dieselbe Methode sich schwerlich für alle auf Zellulose zu analysierenden Substanzen in Anwendung bringen läßt.

Erwähnt seien hier die Untersuchungen von Dr. H. Suringar und B. Tollens[1]). Nach der Methode von Henneberg und Stohmann (Weender Methode) erhielten die beiden Forscher aus Baumwolle 89,98% Zellulose, nach jener von Schulze 98,39%, nach der

[1]) Journal für Landwirtschaft 1896. pag. 343.

Lange'schen Methode nach der dritten Schmelzung 86,18—89,2%. Wir haben also eine, die übliche zulässige Fehlergrenze quantitativer Arbeiten weit übersteigende Differenz von 9%.

Ein weiterer Nachteil der existierenden Zellulosebestimmungen besteht in der Unreinheit der resultierenden Zellulosen: fast bei allen Methoden findet eine unvollständige Lösung der Nichtzellulosen statt, bei der einen mehr, bei der anderen weniger.

So erhält man nach Krauch und v. D. Becke bei Anwendung der Zellulosebestimmung von Schulze auf Futtermittel eine recht unreine Zellulose. Die Lange'sche Methode liefert aus an und für sich schon sehr zellulosereiner Watte oder Filtrierpapier eine Zellulose, die 1—2% Furfurol mit 12%iger HCl liefert. Bei der Weender Rohfaserbestimmungsmethode resultiert nach meinen Untersuchungen aus Treber eine Rohfaser mit einem Pentosangehalt von 9,79%, entsprechend 5,58% Furfurol. Nach J. König bleiben bei dieser Methode von Henneberg und Stohmann 1,58—40,70% der ursprünglichen Pentosane ungelöst; nach seiner Glycerinschwefelsäuremethode 0—6,62%.

Außer dem erwähnten Uebelstande der größeren oder geringeren Ungenauigkeit und Unreinheit der resultierenden Zellulosen leiden die bestehenden Methoden zumeist auch an einer gewissen Umständlichkeit der Ausführung, die angetan ist, ihrer praktischen Bedeutung Abbruch zu tun.

Aus vorstehenden Erwägungen heraus entstand die vorliegende Arbeit, als deren Ziel möglichst genaue

Resultate und reine Zellulose, verbunden mit einfacher Ausführung, erstrebt wurde.

Die Versuche sind aus naheliegenden Gründen auf zwei Rohmaterialien beschränkt worden, auf Gerste als ein Material von mittlerem und Treber als solches von hohem Rohfasergehalt. Das Verfahren, welches mit Hinweis der mitzuteilenden Versuche ausgearbeitet wurde, dürfte sich demnach zur Bestimmung der Rohfaser in den Getreidearten und in rohfaserreichen Abfällen und deren Verarbeitung wie Kleie, Rückstände der Stärkegewinnung und dergl. eignen, während natürlich für die Zwecke der Zellulosebestimmung in Materialien, die zur Gewinnung und weiteren Umarbeitung von Zellulose selbst dienen sollen, andere Verfahren in Betracht kommen.

Gedankengang und Plan der Untersuchung.

Zuerst wurden nach den gebräuchlichsten Methoden (der Weender und Königschen Methode) Rohfaser- und Zellulosebestimmungen in Gerste und Trockentrebern ausgeführt, dann die dazu gehörigen Treber- und Gerstenrohfasern untersucht, um nach Abzug der Verunreinigungen die richtigen korrigierten Rohfaserwerte zu erhalten. Da diese Methoden Filtrationsschwierigkeiten bereiteten, so mußten Versuche mit verschiedenen Anordnungen zur Beseitigung dieser Mängel gemacht werden. Hierauf folgten Rohfaserbestimmungen zuerst in Gerste, dann in Trebern unter Anwendung der getroffenen Verbesserungen

und der verschiedensten Konzentrationsbedingungen, zuletzt Untersuchungen der Rohfasern, welche zu den Rohfaserwerten gehören, die den korrigierten am meisten entsprechen.

A. ROHFASER- UND ZELLULOSEBESTIMMUNGEN IN GERSTE UND TREBER NACH DEN GEBRÄUCHLICHSTEN METHODEN.

I. Rohfaserbestimmung nach der Hennebergschen oder Weender Methode.

Beschreibung der Methode.

3 g Substanz werden in einer Porzellanschale, in der bei 200 ccm Inhalt ein blauer Ring eingebrannt ist, mit 50 ccm einer 5%igen Schwefelsäure und 150 ccm Wasser übergossen, eine halbe Stunde unter Ersatz des verdunstenden Wassers im Kochen erhalten und das Gelöste mittels eines mit einer Saugpumpe verbundenen, wie nachstehend beschrieben vorbereiteten Trichters abgesaugt. (Den Trichter überspannt man mit Musselin und drückt ein befeuchtetes Filter unter Aufschlagen seiner Ränder fest an).

Nach beendeter Absaugung übergießt man mit Wasser, kocht auf, saugt auf gleiche Weise wie vorhin ab, kocht noch einmal mit Wasser auf und saugt wieder ab.

Nun wird die gleiche Operation mit Kalilauge ausgeführt.

Man kocht mit 50 ccm 5%iger Kalilauge und 150 ccm Wasser $^1/_2$ Stunde lang, saugt unter Erneuerung des Filters ab, kocht ebenfalls zweimal mit Wasser auf, saugt jedesmal ab, spritzt das Filter ab und bringt den ganzen Rückstand auf ein gewogenes Filter. Das Filtrieren und Auswaschen geschieht mittels einer Saugvorrichtung, wobei man die Vorsicht gebraucht, in den Trichter einen kleinen Platinkonus einzulegen.

Ausgewaschen wird nach einander mit heißem Wasser, Alkohol und Aether.

Nach zweistündigem Trocknen bei 100° C im Trockenschrank wird das Filter samt Inhalt gewogen, die Rohfaser verascht und die Asche in Abzug gebracht.

a) Rohfaserbestimmungen in Gerste.

Ergebnis:

1) 4,0 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,58% Rohfaser in Trockensubstanz.
2) 3,88% Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,44% Rohfaser in Trockensubstanz.
3) 3,93% Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,5 % Rohfaser in Trockensubstanz.
4) 4,09% Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,68% Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,98% Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,55% Rohfaser in Trockensubstanz.

b) Rohfaserbestimmungen in Treber.

Ergebnis:

1) 15,13 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   15,98 % Rohfaser in Trockensubstanz.
2) 14,81 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   15,65 % Rohfaser in Trockensubstanz.
3) 15,22 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   16,08 % Rohfaser in Trockensubstanz.
4) 14,76 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   15,59 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

14,98 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,83 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Bei der Ausführung der Weender Rohfaserbestimmungsmethode zeigten sich besonders große Schwierigkeiten bei den Filtrationen.

Die Anfangsfiltrationen nach der Behandlung der Substanz mit Säure ging nicht immer glatt von statten; besonders bei Treber, d. h. also bei rohfaserreichen Materialien, traten sehr häufig Stockungen ein, so daß die Methode mitunter sehr lange Zeit in Anspruch nahm.

Die Endfiltration nach der Behandlung der Substanz mit Lauge ging bei Gerste ziemlich gut, sehr schlecht und äußerst langsam dagegen bei Treber.

Wie aus den Versuchsergebnissen ersichtlich ist, stimmen die Rohfaserwerte für Gerste ziemlich gut überein bis zu ca. 0,2 % Differenz. Die Rohfaserwerte

für Treber differieren schon stärker bis zu ca. 0,5 %; bei mehreren hier nicht angeführten Versuchswerten gab es Differenzen bis zu ca. 1 %.

Dieselben sind neben den etwaigen Verlusten infolge der mangelhaften Filtrationsmethoden vielleicht auch darauf zurückzuführen, daß die große Oberfläche in der Wattenbergschen Schale die Verdampfung der Flüssigkeiten begünstigt und so beständig Konzentrationsänderungen derselben verursacht.

In Anbetracht dieser Umstände sowie in Anbetracht der Tatsache, daß die Weender Rohfaser sehr unrein ist (wie die weiter unten angeführte Untersuchung der Treberrohfaser erkennen läßt), genügt die alte Weender Methode nicht mehr den Anforderungen, die an eine gute Rohfaserbestimmungsmethode zu stellen sind. —

Von J. König existieren 2 Modifikationen der Rohfaserbestimmung.

Bei der einen Modifikation wird die Substanz mit Glycerinschwefelsäure in der Porzellanschale bei 137° C (= 3 Atm.) eine Stunde lang in einem Autoklaven erhitzt, bei der andern Modifikation wird die Substanz in einem Kolben mit Glycerinschwefelsäure am Rückflußkühler bei 133—135° C eine Stunde lang gekocht.

Die zuerst erwähnte Modifikation kann für die Ausführung in Untersuchungslaboratorien nicht immer in Betracht kommen, da nicht überall ein Autoklav zur Verfügung steht.

Dieselbe wurde daher auch nicht weiter berücksichtigt; es wurde lediglich die zuletzt erwähnte Modifikation ausgeführt.

II. Rohfaserbestimmung nach König.

Beschreibung der Methode.

3 g lufttrockene fein gemahlene Substanz werden in einem 1 Liter Rundkolben mit 200 ccm Glycerin von 1,23 spez. Gew., welche 4 g konz. H_2SO_4 enthalten, versetzt, durch häufiges Schütteln, bezw. Rühren mit einem Glasstab gut verteilt und nach Anbringen eines Rückflußkühlers bei 133—135° C eine Stunde lang im Oelbad erhitzt. Darauf läßt man erkalten, verdünnt den Inhalt des Kolbens auf ungefähr 400—500 ccm, kocht nochmals auf und filtriert heiß durch ein Asbestfilter auf einer durchlöcherten Porzellanplatte vermittels der Saugpumpe. Den Rückstand auf dem Filter wäscht man mit ungefähr 400 ccm siedend heißem Wasser, darauf mit erwärmtem Alkohol und zuletzt mit einem erwärmten Gemisch von Alkohol und Aether aus, bis das Filtrat vollkommen klar abläuft. Darauf wird die Rohfaser mit Asbest direkt in eine Platinschale quantitativ umgefüllt, bei 105—110° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen, weiter über freier Flamme vollständig verascht und zurückgewogen.

Der Unterschied zwischen beiden Wägungen gibt die Menge aschenfreier Rohfaser an.

a) Rohfaserbestimmungen in Gerste.

Ergebnis:

1) 3,97 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,54 % Rohfaser in Trockensubstanz.
2) 4,12 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,71 % Rohfaser in Trockensubstanz.
3) 4,08 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,67 % Rohfaser in Trockensubstanz.
4) 3,92 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,48 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,02 % Rohfaser in lufttrockener Subtanz.
4,6 % Rohfaser in Trockensubstanz.

b) Rohfaserbestimmungen in Treber.

Ergebnis:

1) 17,5 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   18,49 % Rohfaser in Trockensubstanz.
2) 16,66 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   17,59 % Rohfaser in Trockensubstanz.
3) 17,0 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   17,96 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

17,05 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
18,01 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Die Rohfaserbestimmungsmethode nach J. König ist bezüglich der Art der Ausführbarkeit auch nicht als vollkommen zu bezeichnen.

Wie bei der Weender Methode, so verlief auch hier besonders bei Anwendung der Treber, also rohfaserreicher Materialien, die Filtration äußerst langsam, so daß die Ausführung einer Bestimmung einen angemessenen Zeitaufwand weit überschritt.

Aus den Versuchsergebnissen der Methode ist ersichtlich, daß die Rohfaserwerte für Gerste ganz gut übereinstimmen, auch mit den Rohfaserwerten der Weender Methode; weniger gute Uebereinstimmung zeigen die Rohfaserwerte für Treber, wo sich Differenzen bis zu ca. 1 % vorfinden.

Vielleicht sind diese nicht unbedeutenden Schwankungen in den Rohfaserwerten darauf zurückzuführen, daß in der Rohfaser noch nennenswerte Mengen von Nichtzellulosen vorhanden sind; von diesen gehen infolge der äußerst langsamen Filtration und der dadurch verursachten langen Berührungsdauer mit der heißen Glycerinschwefelsäure vermutlich etwas in Lösung — bei längerer Berührung mehr als bei kürzerer —, so daß dementsprechend ein kleinerer oder größerer Rohfaserwert resultiert. Dies bestätigen auch die Versuchsergebnisse für Treber. Nach diesen sind die Rohfaserwerte im Vergleich zu denen der Weender Methode zu groß, durchschnittlich um 2 %.

Aus den Versuchen von Dr. Roman Dmochowski und Prof. Dr. B. Tollens [1]) zur Ausarbeitung einer quantitativen Zellulosebestimmung geht hervor, daß die Königsche Methode von der Weender Methode

[1]) Journal f. Landwirtschaft 58, 1—26.

bis zu ca. 4,5 % im Rohfaserwert differieren kann. So fanden sie in Kakaoschalen nach der Weender Methode 15,79 % Rohfaser, nach der Königschen 20,23 % Rohfaser. Sicher ist letztere sehr unrein, so daß der Schluß berechtigt ist, daß die Glycerinschwefelsäure in der lösenden Wirkung nicht ihre vollständige Schuldigkeit getan hat.

III. Bestimmung der Zellulose, des Lignins und Kutins nach König.

Beschreibung der Methode:

Es wird eine zweite Probe von 3 g lufttrockener bezw. 5—14% Wasser enthaltender Substanz abgewogen und genau in derselben Weise behandelt, wie im vorhergehenden unter II. angegeben.

Der Rückstand im Goochtiegel oder auf der Porzellanplatte wird dann aber nicht getrocknet, sondern nach dem Absaugen des zuletzt zum Auswaschen verwendeten Aethers und Verdunstenlassen desselben an der Luft nebst dem Asbestfilter verlustlos in ein etwa 800 ccm fassendes Becherglas gebracht und unter Bedecken mit einem Uhrglas oder einer Glasplatte mit 100 oder 150 ccm chem. reinem, 3 gewichtsprozentigem Wasserstoffsuperoxyd sowie 10 ccm 24%igem Ammoniak versetzt und einige Zeit (etwa 12 Std.) stehen lassen; dann werden 10 ccm 30gewichtsprozentig. chem. reines Wasserstoffsuperoxyd zugesetzt und dies, wenn die Sauerstoffent-

wicklung aufgehört hat, noch 2 bis 6 mal, d. h. so oft wiederholt, bis die Masse (Rohfaser) vollständig weiß geworden ist. Beim dritten und fünften Zusatz von Wasserstoffsuperoxyd fügt man auch noch je 5 ccm (oder 10 ccm) des 24%ig. Ammoniaks hinzu.

Man kann Wasserstoffsuperoxyd und Ammoniak in graduierten Cylindern mit eingeschliffenen Glasstöpseln vorrätig halten und aus diesen die jedesmaligen Mengen der Flüssigkeit zusetzen, um die Arbeit zu vereinfachen; denn eine ganz genau abgemessene Menge der Flüssigkeit bei einem jedesmaligen Zusatz ist nicht notwendig.

Wenn die Substanz völlig weiß geworden ist, erwärmt man etwa 1—2 Std. im Wasserbad und kann dann, wenn das Wasserstoffsuperoxyd rein war, d. h mit NH_3 keinerlei Niederschlag oder Trübung gab, sofort und glatt durch ein zweites Asbestfilter filtrieren.

Der abfiltrierte und ausgewaschene Rückstand wird samt Asbestfilter 2 Stunden mit 70 ccm Schweizerschen Reagens unter öfterem Umrühren, zuletzt kurze Zeit bei ganz geringer Wärme, auf dem Wasserbad behandelt und die Flüssigkeit durch einen Goochtiegel mit schwachem Asbestbelag filtriert und die letzten Reste der ammoniakalischen Lösung werden unter Zufügung von etwas frischem Schweizerschen Reagens behufs Auswaschen abgesaugt, das Filtrat beiseite gestellt, der Rückstand im Tiegel dagegen unter Anwendung einer neuen Saugflasche genügend mit Wasser nachgewaschen, darauf bei 105—110° getrocknet, gewogen, geglüht und wieder gewogen.

Der Glühverlust ergibt die Menge des nicht oxydierbaren, in Schweizerschem Reagens unlöslichen Teils der Rohfaser, des Kutin.

Das Filtrat von diesem Rückstand, d. h. die Lösung der Zellulose in Schweizerschem Reagens, wird mit 300 ccm 80%ig. Alkohol versetzt und stark gerührt. Hierdurch scheidet sich die Zellulose in großen Flocken quantitativ wieder aus. Sie wird in üblicher Weise im Goochtiegel gesammelt, zuerst mit warmer verd. Salzsäure (die letzten Reste CuO lassen sich nur schwer aus der Zellulose entfernen, was aber auf die quantitative Bestimmung keinen Einfluß hat, weil sie mit der verbleibenden Asche in Abzug gebracht werden), dann genügend mit Wasser, zuletzt mit Alkohol und Aether ausgewaschen, bei 100—105° getrocknet, gewogen und verascht.

Der Unterschied zwischen dem Gewicht des Tiegelinhalts vor und nach dem Glühen gibt die Menge: reine Zellulose.

Der Unterschied von Gesamtrohfaser- (Zellulose + Kutin) = die Menge des oxydierbaren Anteils der Rohfaser, das sog. Lignin.

a) Ausführung dieser Bestimmungen in Gerste.

Ergebnis:

Gerste mit 4,08% Rohfaser in lufttrockner Substanz
entsprechend 4,67% Rohfaser in Trockensubstanz
ergab 2,39% Zellulose
1,33% Lignin
0,36% Kutin
} in lufttrockener Substanz;

entsprechend 2,76 % Zellulose
1,50 % Lignin } in Trockensubstanz.
0,41 % Kutin

b) Ausführung dieser Bestimmungen in Treber.

Ergebnis:

Treber mit 17,15 % Rohfaser in lufttrockener Substanz,

entsprechend 18,12 % Rohfaser in Trockensubstanz

ergaben 10,3 % Zellulose
5,81 % Lignin } in lufttrockener Substanz;
1,04 % Kutin

entsprechend 10,88 % Zellulose
6,14 % Lignin } in Trockensubstanz.
1,1 % Kutin

Die Zellulosebestimmung nach König ist äußerst kompliziert und ihre Ausführung beansprucht lange Zeit. Bis die Lignine wegoxydiert sind, vergehen allein schon mehrere Tage. Ferner liefert sie Zellulosewerte, die im Vergleich zu denen der später beschriebenen und ausgeführten Zellulosebestimmung von Tollens viel zu klein sind. Die Ursache dieser niedrigen Werte dürfte, ganz abgesehen von dem Verlust, der beim Lösen der Zellulose in Schweizers Reagens und Fällen derselben entsteht[1]), die Anwendung des hochprozentigen H_2O_2 und NH_3 sein, so daß sicher

[1]) Siehe Versuche über eine quantitative Zellulosebestimmung von Roman Dmochowski und B. Tollens. Journal f. Landwirtschaft 58. 1—26. 17,5.

nicht nur die Lignine, sondern auch die Zellulosen stark angegriffen werden.

Untersuchung der aus Trebern nach der Weender Methode hergestellten Rohfaser.

Zu diesem Zwecke wurden ca. 12 g Rohfaser aus Trebern nach der Weender Methode hergestellt, wozu fast 30 Versuche nötig waren.

1. Pentosanbestimmung nach Tollens:

Ergebnis:

a) 9,76 %
b) 9,81 % } Pentosane in getrockneter Rohfaser.

Mittel:

9,79 % Pentosane in getrockneter Rohfaser.

2. Stickstoffbestimmung nach Kjedahl:

Ergebnis:

a) 0,20 % N entspr. 1,25 % Eiweiß
b) 0,16 % N entspr. 1,0 % Eiweiß } in trockener Rohfaser.

Mittel:

0,18 % N entspr. 1,13 % Eiweiß in trockener Rohfaser.

3. Fettbestimmung durch Extraktion mit Aether.

Ergebnis:

a) 0,76 % Rohfett
b) 0,72 % Rohfett } in trockener Rohfaser.

Mittel:

0,74 % Rohfett in trockener Rohfaser.

Aus diesen Untersuchungen ist ersichtlich, daß die Weender Treberrohfaser, besonders in Bezug auf Pentosangehalt, sehr unrein ist; sie enthält in Summa 11,66 % noch nicht gelöste Bestandteile. Nach Abzug derselben vom Weender Treberrohfaserwert 14,98 % erhält man den korrigierten Wert:

13,23 % für lufttrockene Treber, entsprechend
13,98 % für Trockensubstanz.

Zur Herstellung einer untersuchungsfähigen Menge Gerstenrohfaser nach der Weender Methode sind sehr viele Versuche, fast 100, nötig, deshalb beschränkte ich mich vorläufig auf die Untersuchung der Treberrohfaser.

Gerstenrohfaser wurde später untersucht, erst nachdem die neue Rohfaserbestimmungsmethode so weit gediehen war, daß die Herstellung größerer Mengen keine so großen Schwierigkeiten mehr machte.

Von einer Untersuchung der Königschen Rohfaser mußte ganz abgesehen werden, denn die Herstellung von Mengen, wie sie dazu notwendig sind, beansprucht sehr viel chem. reines Glycerin, das ziemlich kostspielig ist. Uebrigens beweisen schon die hohen

Rohfaserwerte gegenüber denen anderer Methoden, daß dieselbe sehr unrein sein muß.

Versuche zur Beschleunigung und Vereinfachung der Filtration.

Wie bereits erwähnt, besteht ein Hauptnachteil der bekannten Rohfaserbestimmungsmethoden in der äußerst mangelhaften Filtration. Es mußte daher vor allem das Augenmerk auf eine glatt vor sich gehende Filtration gerichtet werden.

Bei Ausführung der Weender Methode zeigte sich schon bei der ersten Filtration nach Behandlung der Substanz mit Säure die Unzulänglichkeit dieser Methode; die Filtration durch den mit Musselin überspannten Trichter mit darüber befindlichem befeuchtetem Filtrierpapier stockte regelmäßig.

Infolge dieser Art der Filtration können ferner leicht nicht unbedeutende Verluste an Rohfaser entstehen, da es nie recht gelingt, den noch mit Lauge zu behandelnden Rückstand vollständig von dem feuchten Filter zu entfernen.

Es wurden nun Versuche mit der sog. umgekehrten Filtration ausgeführt.

Dieselbe besteht darin, daß durch eine besondere Saugvorrichtung mittels der Saugpumpe die Lösung aus dem Gefäß abgesaugt wird, so daß das Ungelöste darin zurückbleibt.

Zuerst wurde hierzu der nach der Vorschrift der Weender Methode vorbereitete mit Musselin und Filtrierpapier überspannte Glastrichter verwendet.

Der nach Behandeln mit 5%ig. H_2SO_4 verbleibende Rückstand wurde von der schwefelsauren Lösung derart zu befreien gesucht, daß man den nach der Weender Rohfaserbestimmnng vorbereiteten Trichter nach Absetzen des Rückstandes in der Porzellanschale verkehrt in die Flüssigkeit eintauchte, mit der Saugflasche durch einen Saugschlauch verband und dann langsam absaugte.

Das Absaugen ging aber nur ganz kurze Zeit und hörte schon auf, nachdem nicht einmal die Hälfte der schwefelsauren Flüssigkeit abgesaugt war.

Zur umgekehrten Filtration wurde nun eine andere bekannte Absaugvorrichtung verwendet.

Dieselbe besteht aus einem kleinen Metallhohlzylinder mit angesetztem rechtwinklig gebogenem Rohr. Der Boden des Hohlzylinders ist durchlöchert und kann mit einem kleinen Filtrierpapierscheibchen überspannt werden.

Die Filtration bezw. das Absaugen nahm mit dieser Vorrichtung ebenfalls keinen rascheren Verlauf; auch nach dem Ersetzen des Filtrierpapierscheibchens durch eine ganz dünne Asbestschicht fand keine Beschleunigung statt.

Filtrierpapier und Asbest sind also keine günstigen Filtriermassen für diese Art der Filtration, daher wurde im Folgenden Versuche mit Glaswolle als Filtrierschicht angestellt.

Die bisher erwähnten Filtrationsanordnungen konnten hierzu keine Verwendung finden.

Daher wurde ein Filtrierröhrchen aus Glas hergestellt von der Form wie untenstehende Abbildung 1

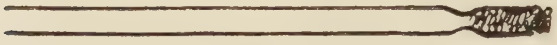

Abb. 1.

erkennen läßt. Dasselbe soll ca. 30 cm lang sein und eine lichte Weite von ca. 7 mm besitzen. Mit Hilfe des Gebläses ist es in einer Entferung von ca. 2 cm von einem Ende etwas verengert worden.

In den kurzen Teil des Filtrierröhrchens schiebt man eine Flocke etwas gerollter Glaswolle sehr locker hinein, so daß ein kurzes Stückchen derselben von ca. 1 cm Länge aus dem Röhrchen herausragt. Es ist äußerst wichtig und hiervon hängt die Schnelligkeit der Filtration ab, daß die Glaswolle nicht zu fest in das Filtrierröhrchen gepreßt wird; es wird vielmehr eine der Länge des kürzeren Teils des Röhrchens entsprechende Flocke Glaswolle gerollt und dann sukzessive unter Drehung hineingeschoben.

Man läßt ein Stück der Glaswolle heraushängen, damit sich die Hauptmenge des angesaugten festen Rückstandes außerhalb des Filtrierröhrchens an die Glaswolle festsetzt und nicht im Röhrchen, weil dadurch leicht Verstopfungen desselben eintreten können.

Das Filtrierröhrchen ist durch einen Saugschlauch mit einer Saugflasche und diese mit der Saugpumpe verbunden. In der Mitte des Saugschlauches zwischen

Filtrierröhrchen und Saugflasche wird zur Regulierung des Vakuums eine Klemmschraube angebracht. Filtrierröhrchen und Saugschlauch sind mit der Saugflasche durch ein rechtwinklig gebogenes Glasrohr verbunden, dessen lichte Weite ca. 6 mm beträgt. Die ganze Anordnung für die Weender Methode ersieht man aus der Abbildung 2.

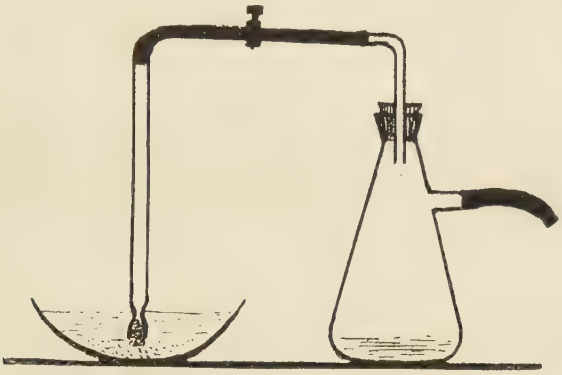

Abb. 2.

Das Absaugen geschieht nun wie folgt: Nachdem sich in der Porzellanschale die mit Schwefelsäure ausgekochte Substanz abgesetzt hat, taucht man in die schwefelsaure Lösung das Filtrierröhrchen so ein, daß die heraushängende Glaswolle mit dem festen Rückstand möglichst wenig in Berührung kommt, befestigt das Röhrchen an einem Stativ, verbindet es durch einen Saugschlauch und ein Knierohr mit der Saugflasche und diese mit der Saugpumpe. Die Klemmschraube wird jetzt zugedreht und der Hahn der Wasserluftpumpe sehr wenig geöffnet, damit nicht ein zu großes Vakuum in der Saugflasche ent-

steht. Nach kurzer Zeit dreht man sehr langsam und vorsichtig die Klemmschraube auf solange bis ein Absaugen der Flüssigkeit stattfindet und diese sich in einem dünnen Strahl in die Saugflasche ergießt.

Ein zu heftiges und rasches Saugen kann zur Folge haben, daß etwas vom ungelösten Rückstand durch die Glaswolle mit in die Saugflasche gerissen wird, so daß Verluste entstehen; ferner daß die Glaswolle infolge Aufwirbelung des abgesetzten Rückstandes mit diesem so durchtränkt wird, daß eine Verstopfung der Glaswolle und kein Absaugen mehr stattfindet.

Wird das Absaugen auf die angegebene Art und Weise und mit der nötigen Vorsicht ausgeführt, so ist dasselbe sehr rasch beendet, und man erhält ein klares rückstandfreies Filtrat.

Zuweilen kommt es vor, daß die abzusaugende Flüssigkeit im Filtrierröhrchen zum Kochen kommt. Es besteht dann die Gefahr, daß infolge des stoßweisen Absaugens der Flüßigkeit etwas von dem festen Rückstand durch die Glaswolle gerissen wird. Tritt dieser Fall ein, so unterbricht man sofort das Absaugen für kurze Zeit. Man dreht zuerst die Klemmschraube zu, löst dann die Verbindung zwischen Saugflasche und Pumpe und beginnt hierauf von neuem mit dem Absaugen.

Die Ursache dieser Störung ist entweder auf eine noch zu hohe Temperatur der sauren Flüssigkeit zurückzuführen, so daß schon ein geringes Vakuum genügt, um diese zum Kochen zu bringen, oder aber

auf zu große Dichtigkeit der Glaswolle, so daß sie sich leicht verstopfen kann, was zur Folge hat, daß das Vakuum in der Saugflasche zu groß wird.

Sollte aus diesem Grunde das weitere Absaugen zu langsam vor sich gehen oder zur Unmöglichkeit werden, so erneuert man die Glaswolle, nachdem man die alte mit Hilfe eines dünnen Glasstabes aus dem Filtrierröhrchen in die Porzellanschale gestoßen und dieses innen und außen mit Wasser abgespült hat.

Bei der Weender Methode ist nun allerdings eine Erneuerung der Glaswolle nicht zu umgehen, da ein mehrmaliges Absaugen notwendig ist und folglich die Poren der Glaswolle leichter verstopft werden können.

Mit dieser neuen Filtrationsanordnung ist es gelungen, Versuche nach der Weender Methode in viel kürzerer Zeit als sonst auszuführen.

Die Glaswolle wird immer zum ungelösten Rückstand gegeben; sie schadet nicht der quantitativen Bestimmung, denn die Rohfaser berechnet sich immer als Glühverlust.

Für diese neue Absaugvorrichtung ist die Anwendung einer Porzellanschale nicht besonders geeignet, denn die abzusaugende Flüssigkeit ist darin zu sehr ausgebreitet, so daß schon bei Beginn des Absaugens die Glaswolle direkt mit dem festen Rückstand in Berührung kommt, was leicht Verstopfungen derselben zur Folge hat. Gut bewährt hat sich die Anwendung eines hohen Becherglases oder noch

besser eines Soxhletfläschchens, wie es zur Milchsterilisation gebraucht wird.

Letzteres fand auch in Zukunft Verwendung für die weiteren Versuche zur Ausarbeitung einer neuen Rohfaserbestimmungsmethode.

Versuche zur Beschleunigung der zur Gewinnung der Rohfaser dienenden Filtration.

Die Endfiltration nach der Behandlung der Substanz mit Lauge findet nach Vorschrift der Weender Methode mittels einer Saugvorrichtung statt, wobei man die Vorsicht gebraucht, in den Trichter einen kleinen Platinkonus einzulegen.

Bei Anwendung dieser Anordnung geht die Filtration schon für rohfaserarme Materialien recht langsam vor sich; viel schlechter geht sie für rohfaserreichere Substanzen, wo meistens Stockung der Filtration stattfindet.

Dasselbe ist der Fall bei Verwendung von Goochtiegel und Asbest, besonders wenn letzterer von ziemlich schleimiger Beschaffenheit ist. Wird die feste Asbestschicht auch noch so dünn gewählt, es tritt keine Besserung in der Filtration ein. Dies geschieht erst mittels eines durchlöcherten Porzellanplättchens von ca 3—4 cm Durchmesser mit Asbestschicht und zwar sowohl für rohfaserarme als auch für rohfaserreiche Materialien.

Die Königsche Rohfaserbestimmungsmethode vermeidet die unangenehme Anfangsfiltration der Weender Methode nach der Behandlung der Substanz mit Säure; man filtriert nur einmal durch den Goochtiegel oder durch das Porzellanfilterplättchen.

Bei dieser Methode geht die Filtration für rohfaserarme Substanzen durch den gewöhnlichen Porzellan-Goochtiegel äußerst langsam; etwas besser geht sie bei Verwendung des Filterplättchens, langsamer jedoch als bei der Weender Methode. Bei rohfaserreichen Materialien stockte die Filtration regelmäßig nach nicht allzu langer Zeit.

Eine Vereinfachung der Weender Methode und zugleich Beschleunigung der Filtration sollte die Modifikation von Fr. Holdefleiß bewirken.

Zu diesem Zweck wird statt in einer Schale in einem birnenförmigen Glasgefäß mittels einströmenden Wasserdampfes gekocht. Die Birne, die in einen engen langen konischen Teil ausläuft, beschickt man mit Glaswolle. Nach dem Kochen saugt man die Flüssigkeit durch die Glaswolle ab; die Rohfaser bleibt dann in der Glaswolle zurück.

Durch Filtrationsversuche mit Glaswolle und Glastrichter überzeugte ich mich, daß die Filtration auf diese Weise ebenfalls sehr mangelhaft vor sich geht, besonders wenn einmal die Glaswolle von der Rohfaser vollständig durchtränkt ist.

Ferner kam es regelmäßig vor, daß durch das starke Saugen, welches dann hier unbedingt notwendig ist, Rohfaser durch die Glaswolle gerissen wurde, wodurch natürlich Verluste entstehen mußten.

Soeben erwähnte Mängel dürften auch der Modifikation von Fr. Holdefleiß anhaften.

Bei den Versuchen zur Ausarbeitung einer Rohfaserbestimmung verwendete ich anfangs immer das Filterplättchen. Dasselbe wurde mit einem Scheibchen Filtrierpapier und hierauf mit einer nicht zu dünnen Asbestschicht belegt. Diese ließ sich nach dem Auswaschen mit Alkohol und Aether samt der Rohfaser sehr gut vom Filtrierpapier abheben zur Umfüllung in die Platinschale.

Aus später ersichtlichen Gründen wurde aber doch wieder zum Goochtiegel übergegangen und versucht, günstige Filtrationsbedingungen zu finden. Nach langwierigen Versuchen unter Anwendung aller denkbaren Filtrierschichten ist es endlich gelungen, für Goochtiegel eine Filtrierschicht zu finden, welche sich bis jetzt sehr gut bewährte und durch welche die Filtration sehr gut von statten ging. Sie wird in folgender Weise hergestellt:

Man bedeckt den Boden eines Porzellan-Goochtiegels mit einem am Gebläse ausgeglühten Asbestpapierscheibchen und dann mit einer nicht zu dünnen ca. $^1/_2$ cm hohen Schicht von ausgeglühtem gewaschenem Asbest (mit Salzsäure und Wasser gewaschener kurzfaseriger Asbest). Dieser ist im Gegensatz zu den anderen Asbestsorten, die sich für Rohfaserfiltrationen nicht vorteilhaft erwiesen haben, spröder und von nicht so schleimiger Beschaffenheit im feuchten Zustand. Ein Feststampfen des Asbestes ist zu vermeiden; er wird ganz locker aufgeschichtet.

Das ausgeglühte Asbestpapierscheibchen hat den Zweck, eine Verstopfung der Löcher des Goochtiegels und eine dadurch hervorgerufene ungünstige Beeinflussung der Filtration hintanzuhalten. Mit dem so präparierten Goochtiegel machte ich die beste Erfahrung, und er wurde daher für sämtliche späteren Versuche immer mit Erfolg angewandt.

Versuche zur Verbesserung weiterer Mängel der Rohfaserbestimmungs-Methoden.

Zur Veraschung mußte sonst die Rohfaser immer vom Goochtiegel in die Platinschale umgefüllt werden, wodurch leicht Verluste entstehen können. Dies sollte in Zukunft vermieden werden; deshalb wurden Versuche ausgeführt, um eine Veraschung der Rohfaser gleich im Porzellan-Goochtiegel zu ermöglichen. Durch Einsetzen desselben in einen Muffelofen könnte man dies zwar ganz leicht erreichen, allein ein solcher steht nicht in jedem Laboratorium zur Verfügung.

Die erste Zeit wurde die Veraschung der Rohfaser durch anfangs vorsichtiges und langsam gesteigertes Erhitzen des Goochtiegels bewirkt. Derselbe bekam aber sogar bei vorsichtigstem Erhitzen Sprünge und ging dann gewöhnlich bei weiterer Benützung beim Filtrieren der Rohfaser zu Grunde. Dies geschah nicht mehr, als der Goochtiegel von ca. 4,5 cm Höhe und ca. 4 cm oberem Durchmesser in

einen Hesseschen Chamottetiegel von ca. 7 cm Höhe und ca. 5 cm Weite eingesetzt und darin zur Veraschung der Rohfaser erhitzt wurde; kein einziger Goochtiegel ist mir auf diese Weise zersprungen.

Der Chamottetiegel wird auf einem Dreifuß mit einem Teclubrenner zuerst schwach, dann stark erhitzt. Der Dreifuß besteht aus einem unten etwas konischen Cylinder aus Eisenblech von ca. 10 cm Höhe,

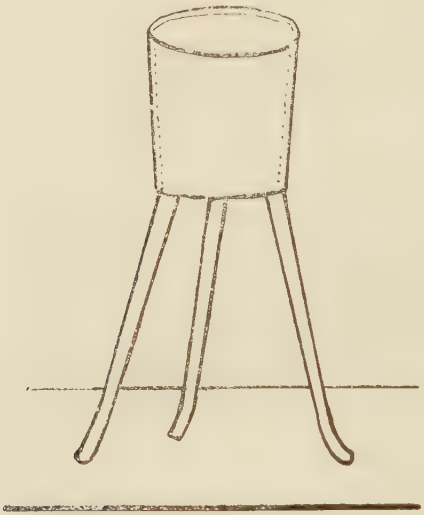

Abb. 3. Dreifuß.

ca. 8 cm oberem und ca. 6,5 cm unterem Durchmesser. In diesen konischen Teil, welcher innen mit Asbestpappe ausgekleidet ist und auf drei Füßen ruht, wird mittels eines passenden eisernen Dreieckes der Hessesche Tiegel bis fast zum oberen Rand eingesetzt.

Nach der Veraschung sah die zurückbleibende Glaswolle immer etwas grau aus, was zu der Ver-

mutung führte, daß das Veraschen nicht vollständig ist und daher die Hitze des Bunsenbrenners nicht ausreicht. Deshalb wurden Veraschungsversuche auch im Gebläse ausgeführt und die gewonnenen Resultate mit den Ergebnissen beim Veraschen im Bunsenbrenner (Teclubrenner) verglichen.

1. Versuch.

a) Beim Erhitzen im Bunsen-(Teclu-)brenner.

Trockengläschen + Goochtiegel + Rohfaser	62,7160 g
Trockengläschen + Goochtiegel nach Erhitzen	62,2923 g
Rohfaser:	0,4237 g
	14,12 %

b) Beim nachträglichen Erhitzen im Gebläse.

Trockengläschen + Goochtiegel + Rohfaser	62,7160 g
Trockengläschen + Goochtiegel nach Erhitzen	62,2915 g
Rohfaser:	0,4245 g
	14,15 %

2. Versuch.

a) Beim Erhitzen mit Bunsen-(Teclu-)brenner.

Trockengläschen + Goochtiegel + Rohfaser	66,4426 g
Trockengläschen + Goochtiegel nach Erhitzen	66,0249 g
Rohfaser:	0,4177 g
	13,92 %

b) Beim nachträglichen Erhitzen im Gebläse.

Trockengläschen + Goochtiegel + Rohfaser . . . . . 66,4426 g

Trockengläschen + Goochtiegel nach Erhitzen . . . . . 66,0242 g

Rohfaser: 0,4184 g

13,95 %

Man ersieht aus den Resultaten, daß zwischen den durch Veraschung im Gebläse erhaltenen Werten und den durch Veraschen im Bunsenbrenner erhaltenen ganz unwesentliche Differenzen bestehen.

Um zu sehen, ob die beim Filtrieren verwendete Glaswolle während des Veraschens einen Glühverlust erleidet, der auf den Rohfaserwert einen Einfluß haben könnte, wurden folgende Versuche angestellt:

1. Versuch.

Vor dem Glühen im Gebläse (a); nach dem Glühen im Gebläse (b)

a) 1,6241 g Trockengläschen + Goochtiegel + Glaswolle

b) 61,6232 g Trockengläschen + Goochtiegel + Glaswolle

0,0009 g Glühverlust der Glaswolle.

2. Versuch.

Vor dem Glühen im Gebläse (a); nach dem Glühen im Gebläse (b)

a) 65,2768 g Trockengläschen + Goochtiegel + Glaswolle

b) 65,2760 g Trockengläschen + Goochtiegel + Glaswolle

0,0008 g Glühverlust der Glaswolle.

Der Glühverlust der Glaswolle, den diese beim Veraschen der Rohfaser erleidet, ist demnach so minimal, daß er den Rohfaserwert so gut wie nicht beeinflußt.

Die getrocknete Rohfaser ist hygroskopisch, in welchem Maße geht aus folgender Zusammenstellung hervor:

	Trocken-gläschen + Rohfaser	Wasser-aufnahme von 1,7710 g trockener Rohfaser	Trocken-gläschen + Rohfaser	Wasser-aufnahme von 1,7714 g trockener Rohfaser
Nach 2stünd. Trocknen bei 100—105°	20,3795 g		17,7849 g	
Nach $^1/_2$stünd. Stehen an der Luft	20,3826 g	0,0031 g	17,7880 g	0,0031 g
Nach 1stünd. Stehen an der Luft	20,3846 g	0,0051 g	17,7906 g	0,0057 g
Nach $1^1/_2$stünd. Stehen an der Luft	20,3868 g	0,0073 g	17,7930 g	0,0081 g
Nach 2stünd. Stehen an der Luft	20,3895 g	0,0100 g	17,7954 g	0,0105 g
Nach ca. 15stünd. Stehen an der Luft	20,4210 g	0,0415 g	17,8218 g	0,0369 g

Aus vorhergehender Tabelle ist ersichtlich, daß 0,2800 g getrocknete Rohfaser (die Rohfaser eines Versuchs) durchschnittlich 0,0068 g Wasser beim Stehen an der Luft aufnehmen kann, wodurch eine Zunahme des Rohfaserwertes von 0,34% erfolgt.

Der Goochtiegel wird daher zum Trocknen der Rohfaser immer in ein Trockengläschen eingesetzt und mit diesem zur Wägung gebracht.

Versuche zur Ausarbeitung einer neuen Rohfaserbestimmung unter Anwendung eines Soxhletfläschchens, wie es zur Milchsterilisation in Gebrauch ist.

Zu diesem Zweck wurde von dem Gedanken ausgegangen, durch Behandlung der Substanz mit konz. Säure in der Kälte wie bei der Stärkebestimmung nach dem Polarisationsverfahren von Lintner eine rasche und möglichst vollkommene Lösung der neben der Zellulose vorhandenen komplizierten Kolloide (hauptsächlich Stärke und Eiweiß) herbeizuführen und deren Hydrolyse durch Erhitzen nach dem Verdünnen mit Wasser zu erzielen. Auf diese Weise mußte der Prozeß glatter und vollständiger vor sich gehen, als wenn von vornherein mit verdünnten Säuren gearbeitet wird; denn hier muß die verdünnte Säure die recht schwer angreifbaren Kolloide zuerst lösen, ehe der weitere Abbau einsetzen kann.

Es wurden daher genau 2,5 g mit der Dreefsmühle bis zur Mehlfeinheit gemahlene Gerste mit 10 ccm Wasser und 20 ccm konz. HCl wie nach dem ursprünglichen Polarisationsverfahren von Lintner in einer Reibschale angerührt. Nach 10 Minuten

langem Stehen zur Lösung der Stärke, wurde der Inhalt der Reibschale quantitativ in ein Soxhletfläschchen für Milchsterilisation gespült, mit kaltem Wasser auf 200 ccm aufgefüllt und unter häufigem Umschütteln $^1/_2$ Stunde im Inversionstopf erhitzt.

Schon nach einer Erhitzungszeit von 20 Minuten trat mit Jod keine Stärkereaktion mehr ein, so daß vollständige Inversion der Stärke stattgefunden hat.

Der in Säure unlösliche Rückstand setzte sich nach dem Herausnehmen des Soxhletfläschchens aus dem Inversionstopf sehr schön und rasch zu Boden, so daß mit dem früher beschriebenen Filtrierröhrchen die salzsaure Lösung gleich abgesaugt werden konnte.

Zu diesem Zweck wurde das mit Glaswolle beschickte Filtrierröhrchen in das Soxhletfläschchen so weit eingeführt, daß die Glaswolle den abgesetzten Rückstand nicht ganz berührte und am Hals des Fläschchens mit einem durchlöcherten an der Seite aufgeschnittenen Kork festgeklemmt. Das Absaugen findet genau in der Weise, wie früher beschrieben wurde, statt.

Umstehende Abbildung 4 zeigt die ganze Anordnung.

Nach vollständigem Absaugen der salzsauren Lösung wurde der Glaswollepfropfen mit einem dünnen Glasstab in das Fläschchen gestoßen und das Filtrierröhrchen innen und außen mit heißem Wasser abgespült. Der Inhalt wurde dann mit 25 ccm 33%ig. NaOH versetzt, auf 200 ccm mit kaltem Wasser aufgefüllt und wieder eine halbe Stunde im

Abb. 4.

Inversionstopf erhitzt; hierauf wurde durch eine Porzellanfiltrierplatte mit Asbestschicht und darunter befindlichem Filtrierpapierscheibchen filtriert, mit heißem Wasser, dann mit Alkohol und Aether ausgewaschen.

Die Rohfaser wurde alsdann samt Asbest und Glaswolle vom Filtrierpapier abgehoben, in eine Platinschale gebracht, 2 Stunden bei 100—105° getrocknet, nach dem Erkalten sofort gewogen, verascht und wieder gewogen. Die Gewichtsdifferenz war die Menge aschenfreier Rohfaser.

Ergebnis:

1) 3,02 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   3,53 % Rohfaser in Trockensubstanz.
2) 3,04 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   3,55 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,03 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,54 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Diese Versuchswerte wurden im Vergleich zu den gefundenen Gerstenrohfaserwerten der Weender und Königschen Methode für zu klein erachtet, daher mußten, um höhere zu erreichen, bei folgenden Versuchen die Bedingungen in der Weise abgeändert werden, daß statt 2,5 g Gerste 5 g zur Anwendung gelangten und das Anrühren derselben in der Reibschale statt mit 10 ccm mit 20 ccm Wasser stattfand.

Es ergaben sich dann folgende

Resultate:

1) 2,98 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   3,49 % Rohfaser in Trockensubstanz.
2) 3,01 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   3,52 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,0 % Rohfaser in lufttrockener Subtanz.
3,51 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Auch bei kürzerer Erhitzungsdauer mit Säure, nämlich 20 Minuten statt 30, resultierten dieselben niedrigen Werte wie vorher und zwar:

1) 2,95 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   3,46 % Rohfaser in Trockensubstanz.
2) 2,97 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   3,48 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

2,96 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,47 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Bei Anwendung der vorhergehenden Versuchsbedingungen wird also die Zellulose zu stark angegriffen, was lediglich auf die zu starke Konzentration der Natronlauge zurückzuführen ist. Denn 20 ccm einer 33%ig. Natronlauge (5 ccm wurden zur Neutralisation der restigen Salzsäure benötigt) mit Wasser auf 200 ccm verdünnt, entsprechen einer 3,3%ig. Natronlauge, während nach der Weender Methode eine 1,25%ig. verwendet wird.

Daß die obigen niedrigen Versuchswerte ausschließlich auf die zu konzentrierte Natronlauge zurückzuführen sind, das beweisen folgende Versuche, bei denen auch nur eine 1,25%ig. Lauge und zwar 50 ccm 5%ig. Kalilauge zur Verwendung gelangten. Eine Abänderung erfuhr die Methode noch dadurch, daß die nach dem Absaugen im Fläschchen verbleibenden Reste von HCl mit konz. NaOH bis zum dunkelsten Farbenumschlag versetzt wurden. Der Neutralisationspunkt ist dann sehr annähernd erreicht.

Resultate:

1) 3,99 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,50 % Rohfaser in Trockensubstanz.
2) 4,09 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,60 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,04 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,55 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Die letzten Rohfaserwerte stimmmen sehr gut mit den nicht korrigierten Werten der Weender und

Königschen Methode überein, die vorhergehenden Versuchsbedingungen stellen demnach eine diesen alten Methoden entsprechende Rohfaserbestimmungsmethode unter Anwendung des Soxhletfläschchens dar.

Um zu sehen, ob sich das Anreiben der Substanz mit HCl in der Reibschale vermeiden ließe, wurden im Folgenden Versuche angestellt, bei denen die abgewogene Substanz gleich in das Fläschchen quantitativ übergeführt und durch rasche Rotation desselben fein verteilt wurde. Die Wassermenge von 20 ccm ist vorher ins Fläschchen zu geben.

Resultate:

1) 4,05 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,56 % Rohfaser in Trockensubstanz.
2) 4,08 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
   4,59 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,07 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,58 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Vergleicht man diese letzten Versuchswerte mit den vorhergehenden, so sieht man, daß sie mit jenen sehr gut übereinstimmen, weshalb die erwähnte Vereinfachung berechtigt ist.

Untersuchung der Gerstenrohfaser, welche aus Gerste mit 90,93 % Trockensubstanzgehalt nach den der Weender und Königschen Rohfaserbestimmung entsprechenden zuletzt angewandten Versuchsbedingungen hergestellt wurde.

Durch ca. 75 Versuche wurde ungefähr 15 g Gerstenrohfaser hergestellt und dieselbe zu folgenden Untersuchungen verwendet:

1. Pentosanbestimmung nach Tollens.

Ergebnis:

a) 5,43 %
b) 5,35 % } Pentosane in getrockneter Rohfaser.

Mittel:

5,39 % Pentosane in getrockneter Rohfaser.

2. Stickstoffbestimmung nach Kjedahl.

Ergebnis:

a) 0,20 % N entspricht 1,25 % Eiweiß
b) 0,18 % N entspricht 1,13 % Eiweiß } in getrockneter Rohfaser.

Mittel:

0,19 % N entspricht 1,19 % Eiweiß in getrockneter Rohfaser.

3. Fettbestimmung durch Extraktion mit Aether.

Ergebnis:

a) 1,11 % Rohfett
b) 1,19 % Rohfett } in getrockneter Rohfaser.

Mittel:

1,15 % Rohfett in getrockneter Rohfaser.

Korrektur des Rohfaserwertes für Gerste.

Demnach betragen die in der Gerstenrohfaser noch vorhandenen Verunreinigungen zusammen 7,73 % und nach Abzug derselben von dem Rohfaserwert von 4 % in lufttrockener Substanz (entsprechend 4,4 % in Trockensubstanz) erhält man den korrigierten Wert 3,69 % in lufttrockener Substanz (entsprechend 4,06 % in Trockensubstanz).

Weitere Verbesserung der zuletzt verwendeten Rohfaserbestimmung.

Bevor zu weiteren Versuchen mit Gerste übergegangen wurde, mußte noch eine Verbesserung getroffen werden.

Da der unlösliche Rückstand im Soxhletfläschchen sich während des Erhitzens nach jedem Schütteln sehr rasch zu Boden setzt, so ist derselbe während der Zeit der Ruhe immer nur mit einem kleinen Teil des Lösungsmittels in Berührung; letzterer wird dadurch konzentrierter als die darüber befindliche Flüssigkeit, so daß derselbe nicht mehr die lösende Kraft haben kann, wie diese. Auf diese Weise kann es leicht zu Unregelmäßigkeiten im Lösungsvorgang kommen. Es wäre also ein fortwährendes Schütteln des

Fläschchens am Platze. Um aber dieses lästige Schütteln während des Erhitzens zu vermeiden, wurde mit Hilfe der Pumpe ein langsamer Luftstrom durch die Flüssigkeit im Fläschchen gesaugt. Zu diesem Zweck wurde ein dünnes oben rechtwinklig gebogenes Glasröhrchen durch die Bohrung eines Gummistopfens bis auf den Boden eines 300 ccm fassenden Soxhletfläschchens geführt, ein anderes unter dem Stopfen endigendes Glasröhrchen von derselben Weite durch die zweite Bohrung. Letzteres wurde durch einen Schlauch mit der Saugpumpe verbunden. Untenstehende Abbildung 5 zeigt die Anordnung für drei zu gleicher Zeit ausgeführte Versuche.

Abb. 5.

Die Endfiltration wurde von nun ab stets in dem präparierten Goochtiegel, wie er bereits beschrieben wurde, vorgenommen.

Rohfaserbestimmungen in Gerste mit 90,91 % Trockensubstanzgehalt unter Anwendung verschiedener Konzentrationsbedingungen und Erhitzungszeiten.

Der Zweck folgender Versuche besteht darin, die Bedingungen zu finden, welche einen Rohfaserwert liefern, der dem soeben gefundenen korrigierten Gerstenrohfaserwert 3,69 % in lufttrockener Substanz (entsprechend 4,06 % in Trockensubstanz) sehr nahe liegt.

I. Anwendung von 20 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungszeit mit Salzsäure.

Die Menge der angewandten 5 %ig. Kalilauge von 50 ccm und die Erhitzungsdauer mit Kalilauge von 30 Min. bleiben konstant.

1. Erhitzungsdauer mit HCl : $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

a) 4,32 %
b) 4,28 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,75 %
b) 4,71 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,30 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,73 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 4,19 %
b) 4,11 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,61 %
b) 4,53 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,15 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,57 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer mit HCl: $1^1/_2$ Stunden

Ergebnis:

a) 3,97 %
b) 3,91 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,37 %
b) 4,31 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,94 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,34 % Rohfaser in Trockensubstanz.

4. Erhitzungsdauer mit HCl: 2 Stunden

Ergebnis:

a) 3,96 %
b) 3,92 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,36 %
b) 4,32 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,94 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,34 % Rohfaser in Trockensubstanz.

5. Erhitzungsdauer mit HCl: $2^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

a) 3,97 %
b) 4,05 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,37 %
b) 4,45 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,01 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,41 % Rohfaser in Trockensubstanz.

6. Erhitzungsdauer mit HCl: 3 Stunden.

Ergebnis:

a) 4,13 %
b) 4,05 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,54 %
b) 4,46 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,09 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,50 % Rohfaser in Trockensubstanz.

II. Anwendung von 30 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungszeit mit Salzsäure.

Die Menge der angewandten 5%ig. KOH von 50 ccm und die Erhitzungszeit mit KOH von 30 Min. bleiben konstant.

1. Erhitzungsdauer mit HCl: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

a) 4,22 %
b) 4,16 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,64 %
b) 4,58 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,19 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,61 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 3,99 %
b) 4,07 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
a) 4,39 %
b) 4,47 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,03 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,43 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer mit HCl: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

a) 3,94 %
b) 3,90 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
a) 4,33 %
b) 4,29 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,92 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,31 % Rohfaser in Trockensubstanz.

4. Erhitzungsdauer mit HCl: 2 Stunden.

Ergebnis:

a) 4,03 %
b) 3,97 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,43 %
b) 4,37 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,00 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,40 % Rohfaser in Trockensubstanz.

5. Erhitzungsdauer mit HCl: $2^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

a) 3,91 %
b) 3,89 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,30 %
b) 4,28 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,90 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,29 % Rohfaser in Trockensubstanz.

6. Erhitzungsdauer mit HCl: 3 Stunden

Ergebnis:

a) 3,98 %
b) 3,90 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,37 %
b) 4,28 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,94 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,33 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Tabellarische Zusammenstellung der Rohfaser-Mittelwerte.

Erhitzungszeit mit KOH (50 ccm 5%igem) : $^1/_2$ Stunde

Erhitzungszeit mit HCl	Angew. konz. HCl: 20 ccm		Angew. konz. HCl: 30 ccm	
	Rohfaserwerte in %		Rohfaserwerte in %	
	in lufttr. Substanz	in Trockensubstanz	in lufttr. Substanz	in Trockensubstanz
$^1/_2$ Std.	4,30	4,73	4,19	4,61
1 Std.	4,15	4,57	4,03	4,43
$1^1/_2$ Std.	3,94	4,34	3,92	4,31
2 Std.	3,94	4,34	4,00	4,40
$2^1/_2$ Std.	4,01	4,41	3,90	4,29
3 Std.	4,09	4,50	3,94	4,33

Man ersieht aus dieser Tabelle, daß bei Anwendung von 20 ccm konz. HCl nach $1^1{}_2$stündiger Erhitzungsdauer, bei Anwendung von 30 ccm konz. HCl schon nach 1stündiger Erhitzungsdauer mit Säure Konstanz des Rohfaserwertes eintritt. Diese Tatsache berechtigte zu der Vermutung, daß unter diesen Bedingungen die Salzsäure in der Lösung der Nichtzellulosen ihre Schuldigkeit getan hat.

Es wurde daher bei folgenden Versuchen die letzterwähnte Säuremenge von 30 ccm und 1stündige

Erhitzungszeit mit Säure beibehalten und die Erhitzungsdauer mit Lauge verändert, um zu dem korrigierten Gerstenrohfaserwert oder einem ihm sehr naheliegenden zu gelangen.

III. Anwendung von 30 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungszeit mit Kalilauge.

Die Menge der angewandten 5 %ig. Kalilauge von 50 ccm und die Erhitzungszeit mit HCl von einer Stunde bleiben konstant.

1. Erhitzungsdauer mit KOH: 30 Minuten.

Ergebnis:

a) 4,07 %
b) 3,99 % Rofaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,47 %
b) 4,39 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

4,03 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,43 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer mit KOH: 40 Minuten.

Ergebnis:

a) 3,85 %
b) 3,81 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,23 %
b) 4,19 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,83 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,21 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer mit KOH: 50 Minuten.

Ergebnis:

a) 3,66 %
b) 3,72 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
a) 4,03 %
b) 4,09 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,69 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,06 % Rohfaser in Trockensubstanz.

4. Erhitzungsdauer mit KOH: 60 Minuten.

Ergebnis:

a) 3,56 %
b) 3,48 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
a) 3,88 %
b) 3,80 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,52 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,84 % Rohfaser in Trockensubstanz.

5. Erhitzungsdauer mit KOH: 70 Minuten.

Ergebnis:

a) 3,42 %
b) 3,36 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,76 %
b) 3,70 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,39 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,73 % Rohfaser in Trockensubstanz.

6. Erhitzungsdauer mit KOH:
80 Minuten.

Ergebnis:

a) 3,19 %
b) 3,27 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,59 %
b) 3,51 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,23 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,55 % Rohfaser in Trockensubstanz.

7. Erhitzungsdauer mit KOH:
90 Minuten.

Ergebnis:

a) 3,15 %
b) 3,19 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,47 %
b) 3,51 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,17 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,49 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Zusammenstellung.

Erhitzungszeit mit KOH:	Rohfaserwert in lufttr. Subtanz:	Abnahme des Wertes:
Min.	%	%
30	4,03	
40	3,83	0,20
50	3,69	0,14
60	3,52	0,17
70	3,39	0,13
80	3,23	0,16
		im Mittel: 0,16

Aus Vorhergehendem ist deutlich ersichtlich, daß bei einer Verlängerung der Erhitzungszeit mit KOH um 10 Min. der Rohfaserwert durchschnittlich um 0,16 % abnimmt und daß man unter keinen Umständen 1 Stuude überschreiten darf, damit nicht ein zu starker Angriff der Zellulose stattfindet.

Versuch 3 ergibt einen Wert, der dem korrigierten Gerstenrohfaserwert 3,69 vollkommen entspricht: daher wurden nach den Bedingungen dieses Versuchs größere Mengen Rohfaser hergestellt und untersucht.

Untersuchung von Gerstenrohfaser, erhalten durch 1stündiges Erhitzen mit Salzsäure (30 ccm konz. HCl) und 50 Minuten langes Erhitzen mit Kalilauge (50 ccm 5 %ig.).

1. Pentosanbestimmung nach Tollens.

Ergebnis:

a) 2,32 %
b) 2,26 % Pentosane in getrockneter Rohfaser.

Mittel:

2,29 % Pentosane in getrockneter Rohfaser.

2. Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

Ergebnis:

a) 0,26 % N entspricht 1,63 % Eiweiß
b) 0,22 % N entspricht 1,38 % Eiweiß } in getrockneter Rohfaser.

Mittel:

0,24 % N entspricht 1,50 % Eiweiß in getrockneter Rohfaser.

3. Fettbestimmung durch Extraktion mit Aether.

Ergebnis:

0,89 % Rohfett in getrockneter Rohfaser.

Die nach Versuch 3 erhaltene Rohfaser ist also noch sehr unrein; sie enthält insgesamt 4,68 % Verunreinigungen, hiervon hauptsächlich noch viel Pentosane. Zieht man diese 4,68 % Nichtzellulosen

von dem Rohfaserwert des Versuchs 3 ab, so erhält man 3,52 %, den Rohfaserwert des Versuchs 4.

Um zu sehen, ob nach den Bedingungen dieses Versuchs eine reinere Rohfaser resultiert, bezw. ob durch Verlängerung der Erhitzungszeit mit KOH dieselbe noch imstande ist, von den Verunreinigungen noch etwas in Lösung zu bringen, wurden wieder größere Mengen Rohfaser hergestellt und untersucht.

Untersuchung von Gerstenrohfaser, erhalten durch 1stündiges Erhitzen mit Salzsäure (30 ccm konz. HCl.) und 1stündiges Erhitzen mit Kalilauge (50 ccm 5%ig.).

1. Pentosanbestimmung nach Tollens.

Ergebnis:

a) 2,27 %
b) 2,21 % Pentosane in getrockneter Rohfaser.

Mittel:

2,24 % Pentosane in getrockneter Rohfaser.

2. Stickstoffbestimmung nach Kjedahl.

Ergebnis:

a) 0,24 % N entspricht 1,5 % Eiweiß
b) 0,22 % N entspricht 1,38 % Eiweiß } in getrockneter Rohfaser.

Mittel:

0,23 % N entspricht 1,44 % Eiweiß in getr. Rohfaser.

3. Fettbestimmung durch Extraktion mit Aether.

Ergebnis:

0,87 % Rohfett in getrockneter Rohfaser.

Aus diesen Untersuchungen geht hervor, daß die Rohfaser des Versuchs 4 auch noch recht unrein ist; sie enthält noch 4,55 % Ungelöstes, folglich nur um 0,13 % weniger als die Rohfaser des Versuchs 3. Die Hoffnung, welche auf die Verlängerung der Erhitzungszeit mit KOH gesetzt wurde, ist demnach nicht in Erfüllung gegangen.

Eine weitere Verlängerung der Erhitzungsdauer mit KOH würde nur zu niedrige Rohfaserwerte zur Folge haben (infolge zu starken Angriffs der Zellulose), ohne daß der Zweck einer möglichst vollständigen Lösung der Nichtzellulosen erreicht wird.

Um also eine reinere bezw. pentosanfreiere Rohfaser aus Gerste zu erhalten, ist nur die Möglichkeit vorhanden, die Konzentrationsbedingungen der Säure zu verschärfen. Den Einfluß der vermehrten Säurekonzentration auf den Rohfaserwert der Gerste zeigen die folgenden Versuche.

IV. Anwendung von 40 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure und Kalilauge (50 ccm 5%ig.).

1. Erhitzungsdauer mit KOH: $^1/_2$ Stunde.

A) Erhitzungsdauer mit HCl: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

a) 3,76 %
b) 3,84 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,14 %
b) 4,22 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,80 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,18 % Rohfaser in Trockensubstanz.

B) Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 3,59 %
b) 3,51 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,95 %
b) 3,87 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,55 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,91 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer mit KOH: 1 Stunde

A) Erhitzungsdauer mit HCl: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

a) 3,48 %
b) 3,54 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,83 %
b) 3,89 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,51 % Rohfaser in lufttrockener Substanz
3,86 % Rohfaser in Trockensubstanz.

B) Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 3,27 %
b) 3,25 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
a) 3,60 %
b) 3,58 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,26 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,59 % Rohfaser in Trockensubstanz.

V. Anwendung von 50 ccm konz. HCl und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure und Kalilauge (50 ccm 5%ig.).

1. Erhitzungsdauer mit KOH: $^1/_2$ Stunde.

A) Erhitzungsdauer mit HCl: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

a) 3,79 %
b) 3,85 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
a) 4,17 %
b) 4,23 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,82 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,20 % Rohfaser in Trockensubstanz.

B) Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 3,52 %
b) 3,44 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,87 %
b) 3,79 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,48 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,83 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer mit KOH: 1 Stunde.

A) Erhitzungsdauer mit HCl: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

a) 3,51 %
b) 3,47 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,86 %
b) 3,82 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,49 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,84 % Rohfaser in Trockensubstanz.

B) Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 3,24 %
b) 3,16 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,56 %
b) 3,48 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,20 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,52 % Rohfaser in Trockensubstanz.

VI. Anwendung von 60 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure und Kalilauge (50 ccm 5%ig.).

1. Erhitzungsdauer mit KOH: $^1/_2$ Stunde.

A) Erhitzungsdauer mit HCl: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

a) 3,81 %
b) 3,75 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 4,19 %
b) 4,13 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,78 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
4,16 % Rohfaser in Trockensubstanz.

B) Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 3,48 %
b) 3,46 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,83 %
b) 3,81 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,47 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
3,82 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer mit KOH: 1 Stunde.

A) Erhitzungsdauer mit HCl: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

a) 3,42 %
b) 3,34 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,76 %
b) 3,68 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,38 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

3,72 % Rohfaser in Trockensubstanz.

B) Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 3,23 %
b) 3,15 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

a) 3,55 %
b) 3,47 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Mittel:

3,19 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

3,51 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Tabellarische Zusammenstellung der Rohfaserwerte.

Angew. Menge Kalilauge	Angew. Menge konz. Salzsäure	Erhitzungsdauer mit Salzsäure	Erhitzungsdauer mit Kalilauge			
			½ Stunde		1 Stunde	
			Rohfaserwert in %		Rohfaserwert in %	
			in lufttr. Substanz	in Trock.-Substanz	in lufttr. Substanz	in Trock.-Substanz
50 ccm 5% ige KOH.	40 ccm	½ Std.	3,80	4,18	3,51	3,86
		1 Std.	3,55	3,91	3,26	3,59
	50 ccm	½ Std.	3,82	4,20	3,49	3,84
		1 Std.	3,48	3,83	3,20	3,52
	60 ccm	½ Std.	3,78	4,16	3,38	3,72
		1 Std.	3,47	3,82	3,19	3,51

Aus der Tabelle ist der Einfluß der vermehrten Säurekonzentration auf den Rohfaserwert der Gerste deutlich ersichtlich.

Wir wenden uns nun der Untersuchung einiger unter vorhergehenden Versuchsbedingungen hergestellten Rohfasern zu.

Pentosanbestimmung

nach Tollens in Gerstenrohfaser, erhalten durch 1stündiges Erhitzen mit Salzsäure (angew. 40 ccm konz. HCl) und 1stündiges Erhitzen mit Kalilauge (angew. 50 ccm 5%ig. KOH).

Ergebnis:

a) 0,92 % Furfurol entspricht 1,58 % Pentosanen.
b) 0,94 % Furfurol entspricht 1,62 % Pentosanen.

Mittel:

0,93 % Furfurol entspricht 1,60 % Pentosanen.

Pentosanbestimmung

nach Tollens in Gerstenrohfaser, erhalten durch 1stündiges Erhitzen mit Salzsäure (angew. 50 ccm konz. HCl) und 1stündiges Erhitzen mit Kalilauge (angew. 50 ccm 5%ig. KOH).

Ergebnis:

a) 0,41 % Furfurol entspricht 0,80 % Pentosanen.
b) 0,37 % Furfurol entspricht 0,72 % Pentosanen.

Mittel:

0,39 % Furfurol entspricht 0,76 % Pentosanen.

Die zuletzt untersuchte Rohfaser enthält also so wenig Pentosane, daß diese keine wesentliche Korrektur — 0,02 % — des Rohfaserwertes mehr bedingen würden. Was die Reinheit der Rohfaser betrifft, so wäre die letzte Versuchsbedingung am günstigsten, aber der entsprechende Rohfaserwert 3,20 % ist im Vergleich zu dem korrigierten zu klein. Sicher ist dies der zu langen 1stündigen Erhitzungszeit mit Kalilauge zuzuschreiben, da man bei ½stündiger Erhitzungsdauer einen dem korrigierten bedeutend näher liegenden Wert von 3,48 % erhält. Daher wurde bei der vermehrten Säurekonzentration die ½stündige Erhitzungsdauer mit Kalilauge beibehalten. Bei Anwendung dieser kürzeren Erhitzungszeit tut die Kalilauge, in Bezug auf Abbau und Lösung der Eiweiß- und Fettkörper, dieselbe Schuldigkeit als bei längerer Einwirkung. Diese hat nur eine beträchtliche Abnahme des Rohfaserwerts zur Folge: die in der Rohfaser verbleibenden kleinen Mengen von Eiweiß und Fett nehmen aber dabei nicht ab.

Als Säurekonzentration käme nun zur Rohfaserbestimmung die Verwendung von 50 ccm oder 60 ccm konz. HCl in Betracht. (Niedrigere Konzentrationen liefern zu pentosanhaltige Rohfaser). Bei Anwendung von 60 ccm konz. HCl resultiert derselbe Rohfaserwert als bei Verwendung von 50 ccm konz. HCl; es findet demnach Konstanz derselben statt.

Es wurde demgemäß die Säuremenge von 60 ccm für die Rohfaserbestimmung verwendet, denn, wie folgende Untersuchungen erkennen lassen, erhält man

eine Rohfaser, die in Bezug auf Reinheit den Anforderungen entspricht.

Untersuchung von Gerstenrohfaser, erhalten durch 1stündiges Erhitzen mit Salzsäure (angew. 60 ccm konz. HCl) und ½stündiges Erhitzen mit Kalilauge (angew. 50 ccm 5%ig.).

1. Pentosanbestimmung nach Tollens.

Ergebnis:

a) 0,47 % Furfurol entspricht 0,81 % Pentosanen.
b) 0,45 % Furfurol entspricht 0,77 % Pentosanen.

Mittel:

0,46 % Furfurol entspricht 0,79 % Pentosanen.

2. Fettbestimmung durch Extraktion mit Aether.

Ergebnis:

0,78 % Rohfett in trockener Rohfaser.

3. Stickstoffbestimmung nach Kjedahl.

Ergebnis:

a) 0,19 % N entspricht 1,18 % Eiweiß.
b) 0,22 % N entspricht 1,38 % Eiweiß.

Mittel:

0,21 % N entspricht 1,23 % Eiweiß.

Die soeben untersuchte Rohfaser ist verhältnismäßig rein; sie enthält sehr wenig Pentosane, Stickstoff und Fett.

Eine Rohfaserbestimmung, welche vollständig pentosanfreie Rohfaser ergibt, bezw. eine Rohfaser, welche mit 12%ig. HCl kein Furfurol liefert, ist jedenfalls nicht denkbar, denn sogar sehr reine Zellulose, wie Watte oder Filtrierpapier, gibt mit 12%ig. HCl ebenso geringe Mengen Furfurol wie die im vorhergehenden untersuchte Rohfaser. Als Beweis hierfür dienen folgende Versuche.

Pentosanbestimmung nach Tollens mit entfetteter Watte.

Ergebnis:

3,0185 g getrocknete entfettete Watte liefert mit 12%ig. HCl: 0,01 g Furfurol;
also 0,33 % Furfurol.

Pentosanbestimmung nach Tollens mit getrocknetem gewöhnlichem Filtrierpapier.

Ergebnis:

2,9461 g getrocknetes gewöhnl. Filtrierpapier liefert mit 12%ig. HCl: 0,0068 g Furfurol;
also 0,23 % Furfurol.

Aus all den vorhergehenden Versuchen geht hervor, daß man als die günstigsten Bedingungen für die Rohfaserbestimmung in Gerste folgende anerkennen muß:

1. Anwendung von 60 ccm konz. Salzsäure.
2. Anwendung von 50 ccm 5%ig. Kalilauge.
3. Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.
4. Erhitzungsdauer mit KOH: $^1/_2$ Stunde.

Rohfaserbestimmungen in getrockneten fein gemahlenen Trebern.

Anwendung verschiedener Substanzmengen, Konzentrationsbedingungen und Erhitzungszeiten.

Ganz unabhängig von den gefundenen günstigsten Bedingungen der Rohfaserbestimmungen für Gerste wurden Versuche auch mit getrockneten Trebern in demselben Sinne wie vorher angestellt, um zu einem dem korrigierten Weender Treberrohfaserwert naheliegenden Wert zu gelangen und zu einer Rohfaser, die möglichst rein ist.

Zahlreiche Versuche haben ergeben, daß bei Anwendung von 5 g Treber entsprechend der angewandten Menge Gerste, bei der Endfiltration bedeutende Schwierigkeiten eintreten; ebenso bei Anwendung von 3 g Treber, wenn auch nicht in dem Maße.

Im Folgenden wurden deshalb Versuche mit weniger Substanz ausgeführt.

Versuche mit 1 g Treber.

Bei Verwendung von 1 g Treber besteht zwar die Gefahr, daß sich die Versuchsfehler zu stark multiplizieren, andererseits aber ist der Vorteil einer äußerst raschen Endfiltration nicht zu verkennen.

Anwendung von 20 ccm konz. Salzsäure, 50 ccm 5%ig. Kalilauge und $^1/_2$stündiger Erhitzungsdauer mit Kalilauge.

Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure.

1. Erhitzungsdauer mit HCl: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

a) 14,23 %
b) 14,22 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
c) 14,17 %
a) 16,11 %
b) 16,10 % Rohfaser in Trockensubstanz.
c) 16,05 %

Mittel:

14,21 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
16,09 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 13,95 %
b) 13,82 % Rohfaser in lufttrockener Snbstanz.
c) 13,67 %
a) 15,77 %
b) 15,64 % Rohfaser in Trockensubstanz.
c) 15,49 %

Mittel:

13,81 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,63 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer mit HCl: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

a) 13,54 %
b) 13,29 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
c) 13,19 %
a) 15,31 %
b) 15,06 % Rohfaser in Trockensubstanz.
c) 14,96 %

Mittel:

13,34 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,11 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Man ersieht aus den vorhergehenden Versuchen, daß trotz Anwendung der geringen Substanzmenge von 1 g gut übereinstimmende Werte resultieren, aber es ist ein sehr genaues quantitatives Arbeiten erforderlich.

Versuche mit 1½ g Treber.

Bei dieser Substanzmenge ging die Endfiltration im Goochtiegel ebenso gut wie vorher.

Anwendung der vorigen Versuchsbedingungen.

1. Erhitzungsdauer mit HCl: ½ Stunde.

Ergebnis:

a) 14,66 %
b) 14,40 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
c) 14,30 %

a) 16,57 %
b) 16,31 % Rohfaser in Trockensubstanz.
c) 16,21 %

Mittel:

14,45 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
16,36 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer mit HCl: 1 Stunde.

Ergebnis:

a) 14,14 %
b) 13,85 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
c) 13,70 %

a) 15,98 %
b) 15,69 % Rohfaser in Trockensubstanz.
c) 15,54 %

Mittel:

13,90 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,74 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer mit HCl: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

a) 13,64 %
b) 13,51 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
c) 13,41 %

a) 15,43 %
b) 15,30 % Rohfaser in Trockensubstanz.
c) 15,20 %

Mittel:

13,52 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,31 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Die Versuche, bei denen $1^1/_2$ g Treber zur Anwendung gelangen, lassen erkennen, daß die Rohfaserwerte von derselben Versuchsbedingung unter sich verhältnismäßig gut übereinstimmen; stärker differieren die Werte, welche man bei den verschiedenen Erhitzungszeiten mit Säure erhält, was zu dem Schluß berechtigt, daß die angewandten Konzentrationsbedingungen der Säure noch nicht genügen. Deshalb wurden nun Versuche unter den verschiedensten Konzentrationen ausgeführt.

Gleichzeitig wurde die angewandte Substanzmenge auf 2 g erhöht, damit evt. Versuchsfehler nicht so sehr ins Gewicht fallen.

Versuche mit 2 g Treber von 94,64 % Trockensubstanzgehalt.

Die Endfiltration im Goochtiegel ging zwar nicht so rasch als bei Anwendung von 1 g oder $1^1/_2$ g Treber, aber immerhin noch gut.

Aenderung der Säurekonzentration, Erhitzungsdauer mit Säure und Konstanz der Erhitzungsdauer mit Kalilauge (= ½ Stunde).

I. Anwenduug von 20 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure.

1. Erhitzungsdauer: ½ Stunde.

Ergebnis:

15,99 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
16,89 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer: 1 Stunde.

Ergebnis:

15,72 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
16,61 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer: 1½ Stunden.

Ergebnis:

15,49 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
16,36 % Rohfaser in Trockensubstanz.

II. Anwendung von 30 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure.

1. Erhitzungsdauer: ½ Stunde.

Ergebnis:

15,18 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
16,04 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer: 1 Stunde.

Ergebnis:

15,01 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,86 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

14,85 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,69 % Rohfaser in Trockensubstanz.

III. Anwendung von 40 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure.

1. Erhitzungsdauer: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

14,77 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,61 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer: 1 Stunde.

Ergebnis:

14,36 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,17 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

14,02 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,81 % Rohfaser in Trockensubstanz.

IV. Anwendung von 50 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure.

1. Erhitzungsdauer: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

14,33 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,14 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer: 1 Stunde.

Ergebnis:

14,12 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,92 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

13,91 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,70 % Rohfaser in Trockensubstanz.

V. Anwendung von 60 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure.

1. Erhitzungsdauer: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

13,80 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,58 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer: 1 Stunde.

Ergebnis:

13,58 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,35 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

13,23 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
13,97 % Rohfaser in Trockensubstanz.

VI. Anwendung von 70 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungszeit mit Salzsäure.

1. Erhitzungsdauer: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

13,69 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,46 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer: 1 Stunde.

Ergebnis:

13,58 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,35 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

13,07 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
13,81 % Rohfaser in Trockensubstanz.

VII. Anwendung von 80 ccm konz. Salzsäure und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure.

1. Erhitzungsdauer: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

13,39 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,15 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer: 1 Stunde.

Ergebnis:

13,02 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
13,75 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

12,52 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
13,23 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Tabellarische Zusammenstellung der Rohfaserwerte.

Substanzmenge	Erhitzungsdauer mit KOH	Angew. KOH	Angew. konz. HCl	Erhitzungszeit:					
				$^1/_2$ Stunde		1 Stunde		$1^1/_2$ Stunden	
				Rohfaserwerte in %:					
				in lufttr. Substanz	in Trockensubstanz	in lufttr. Substanz	in Trockensubstanz	in lufttr. Substanz	in Trockensubstanz
2 g Treber	$^1/_2$ Stunde	50 ccm 5%ig.	20 ccm	15,99	16,89	15,72	16,61	15,49	16,36
			30 ccm	15,18	16,04	15,01	15,86	14,85	15,69
			40 ccm	14,77	15,61	14,36	15,17	14,02	14,81
			50 ccm	14,33	15,14	14,12	14,92	13,91	14,70
			60 ccm	13,80	14,58	13,58	14,35	13,23	13,97
			70 ccm	13,69	14,46	13,58	14,35	13,07	13,81
			80 ccm	13,39	14,15	13,02	13,75	12,52	13,23

In vorstehender Tabelle befinden sich Rohfaserwerte, die mit dem nicht reduzierten Weender Treberrohfaserwert von 14,98% sehr gut übereinstimmen. Es sind die Werte, die man bei Anwendung von 30 ccm konz. HCl erhält. Unter Beibehaltung dieser Säurekonzentration und Abänderung bezw. Verlängerung der Erhitzungsdauer mit Säure wurden nun weitere Versuche angestellt, um zu sehen, ob man auf diese Weise zu einem dem korrigierten Weender Treberrohfaserwert entsprechenden gelangt.

Anwendung von 30 ccm konz. Salzsäure und Verlängerung der Erhitzungsdauer mit Salzsäure.

1. Erhitzungsdauer: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

15,02 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,87 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitzungsdauer: 2 Stunden.

Ergebnis:

14,97 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,81 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.

3. Erhitzungsdauer: $2^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

15,06 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,91 % Rohfaser in Trockensubstanz.

4. Erhitzungsdauer: 3 Stunden.

Ergebnis:

14,99 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,84 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Aus vorstehenden Versuchswerten ersieht man, daß bei Verwendung von 30 ccm konz. HCl und bei einer Erhitzungsdauer mit Säure bis zu 3 Stunden Konstanz des Rohfaserwertes eintritt, was zu der Annahme berechtigte, daß die Säure in der Lösung der Nichtzellulosen ihre Schuldigkeit getan hat. Deshalb wurde bei folgenden Versuchen die Erhitzungsdauer mit Kalilauge verändert, um den korrigierten Weender Rohfaserwert zu bekommen.

Anwendung von 30 ccm konz. Salzsäure, 1-stündiger Erhitzungsdauer mit Säure und Aenderung der Erhitzungsdauer mit Kalilauge.

1. Erhitzungsdauer: $^1/_2$ Stunde.

Ergebnis:

14,99 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
15,84 % Rohfaser in Trockensubstanz.

2. Erhitungsdauer: 40 Minuten.

Ergebnis:

13,57 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,34 % Rohfaser in Trockensubstanz.

3. Erhitzungsdauer: 45 Minuten.

Ergebnis:

13,55 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,31 % Rohfaser in Trockensubstanz.

4. Erhitzungsdauer: 50 Minuten.

Ergebnis:

13,32 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
14,07 % Rohfaser in Trockensubstanz.

5. Erhitzungsdauer: 60 Minuten.

Ergebnis:

12,97 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
13,70 % Rohfaser in Trockensubstanz.

6. Erhitzungsdauer: $1^1/_4$ Stunden.

Ergebnis:

12,62 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
13,33 % Rohfaser in Trockensubstanz.

7. Erhitzungsdauer: $1^1/_2$ Stunden.

Ergebnis:

12,25 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
12,94 % Rohfaser in Trockensubstanz.

8. Erhitzungsdauer: $1^3/_4$ Stunden.

Ergebnis:

11,70 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
12,36 % Rohfaser in Trockensubstanz.

9. Erhitzungsdauer: 2 Stunden.

Ergebnis:

11,31 % Rohfaser in lufttrockener Substanz.
11,95 % Rohfaser in Trockensubstanz.

Vorstehende Versuche lassen erkennen, daß bei zunehmender Erhitzungsdauer mit Lauge eine beträchtlichere Abnahme des Rohfaserwertes stattfindet als bei um gleiche Zeiten zunehmender Erhitzungsdauer mit Säure.

So findet ab 60 Minuten für je 30 Minuten Erhitzungsdauer mit Kalilauge eine Abnahme von ca. 0,9 % statt, während die Abnahme für je 30 Minuten Erhitzungszeit mit Säure ca. 0,2—0,3 % beträgt. Die richtige Erhitzungszeit mit Lauge ist daher sehr eng begrenzt und mit Vorsicht zu wählen, damit ein zu heftiger Angriff der Lauge auf die Zellulose vermieden wird.

Eine noch bedeutendere Abnahme des Rohfaserwertes ist zwischen 30 und 60 Minuten Erhitzungsdauer mit Lauge zu konstatieren. Dieselbe beträgt ca. 2 % und zwar entfällt das meiste hiervon ca. 1,42 % der 10 Minuten langen Erhitzungszeit zwischen 30 und 40 Minuten.

Vielleicht werden während dieser Zeit noch beträchtliche Mengen von Holzgummi durch die Kalilauge gelöst.

Auf diese Weise gelangt man zu Versuchswerten, die dem korrigierten Weender Rohfaserwert von 13,23 % am nächsten kommen: diese liefern die Versuche, bei denen die Erhitzungszeiten mit Kalilauge $^3/_4$ und 1 Stunde betragen.

Unter diesen Bedingungen wurden nun entsprechende Mengen Rohfaser hergestellt und auf Pentosangehalt untersucht.

Pentosanbestimmung
nach Tollens in Treberrohfaser, erhalten durch
1-stündiges Erhitzen mit Salzsäure
(angew. 30 ccm konz. HCl) und $^3/_4$-stündiges Erhitzen
mit Kalilauge (angew. 50 ccm 5%ig. KOH).

Ergebnis:

a) 1,14 % Furfurol entspricht 1,95 % Pentosanen.
b) 1,18 % Furfurol entspricht 2,03 % Pentosanen.

Mittel:

1,16 % Furfurol entspricht 1,99 % Pentosanen.

Pentosanbestimmung
nach Tollens in Treberrohfaser, erhalten durch
1-stündiges Erhitzen mit HCl
(angew. 30 ccm. konz. HCl) und 1-stündiges Erhitzen
mit Kalilauge (angew. 50%ig. KOH).

Ergebnis:

a) 1,19 % Furfurol entspricht 2,05 % Pentosanen.
b) 1,15 % Furfurol entspricht 1,97 % Pentosanen.

Mittel:

1,17 % Furfurol entspricht 2,01 % Pentosanen.

Aus den letzten Versuchsergebnissen ist zu entnehmen, daß durch Verlängerung der Erhitzungszeit mit Lauge keine Abnahme des Pentosangehalts der Rohfaser mehr stattfindet, daher muß eine höhere Säurekonzentration gewählt werden, um möglichst pentosanfreie Rohfaser zu erhalten.

Folgende Versuche zeigen den Einfluß vermehrter Säurekonzentrationen auf den Pentosangehalt der Rohfaser.

Pentosanbestimmung

nach Tollens in Treberrohfaser, erhalten durch 1stündiges Erhitzen mit Salzsäure (angew. 40 ccm konz. HCl) und 1stündiges Erhitzen mit Kalilauge (angew. 50 ccm 5%ig. KOH).

Ergebnis:

a) 0,85 % Furfurol entspricht 1,47 % Pentosanen.
b) 0,83 % Furfurol entspricht 1,43 % Pentosanen.

Mittel:

0,84 % Furfurol entspricht 1,45 % Pentosanen.

Pentosanbestimmung

nach Tollens in Treberrohfaser, erhalten durch 1stündiges Erhitzen mit Salzsäure (angew. 50 ccm konz. HCl) und 1stündiges Erhitzen mit Kalilauge (angew. 50 ccm 5%ig. KOH).

Ergebnis:

a) 0,41 % Furfurol entspricht 0,70 % Pentosanen.
b) 0,37 % Furfurol entspricht 0,62 % Pentosanen.

Mittel:

0,39 % Furfurol entspricht 0,66 % Pentosanen.

Die letzte Versuchsbedingung liefert eine möglichst pentosanfreie Rohfaser. Diese wurde nun noch auf Stickstoff- und Fettgehalt untersucht.

Stickstoffbestimmung nach Kjedahl.

Ergebnis:

a) 0,24 % N entspricht 1,50 % Eiweiß
b) 0,20 % N entspricht 1,25 % Eiweiß } in trockener Rohfaser.

Mittel:

0,22 % N entspricht 1,38 % Eiweiß in trockener Rohfaser.

Fettbestimmung durch Extraktion mit Aether.

Ergebnis:

1,53 % Rohfett in getrockneter Rohfaser.

Aus den zuletzt ausgeführten Pentosan-, Stickstoff- und Fettbestimmungen geht hervor, daß die Anwendung von 50 ccm konz. HCl und je 1stündiger Erhitzungsdauer mit Säure und der üblichen Menge Lauge sehr günstige Bedingungen sind was Reinheit der Rohfaser betrifft. Dies ist leider nicht der Fall in Bezug auf den Rohfaserwert, denn derselbe ist im Vergleich zum korrigierten Rohfaserwert der Weendermethode zu klein, was auf die zu lange 1stündige Erhitzungsdauer mit Lauge zurückzuführen ist.

Wie man aus der zuletzt angeführten Tabelle ersieht, erhält man einen sehr guten Rohfaserwert bei Anwendung von 60 ccm konz. HCl, 1stündiger Erhitzungsdauer, 50 ccm 5%iger Kalilauge und $^1/_2$stündiger Erhitzungsdauer. Die Reinheit der dabei resultierenden Rohfaser zeigen folgende Untersuchungen:

Untersuchung der nach letzter Bedingung hergestellten Treberrohfaser.

1. Pentosanbestimmung nach Tollens.

Ergebnis:

a) 0,40 % Furfurol entspricht 0,69 % Pentosanen.
b) 0,44 % Furfurol entspricht 0,75 % Pentosanen.

Mittel:

0,42 % Furfurol entspricht 0,72 % Pentosanen.

2. Stickstoffbestimmung nach Kjedahl.

Ergebnis:

a) 0,26 % N entspricht 1,63 % Eiweiß.
b) 0,24 % N entspricht 1,50 % Eiweiß.

Mittel:

0,25 % N entspricht 1,56 % Eiweiß.

3. Fettbestimmung durch Extraktion mit Aether.

Ergebnis:

1,5 % Rohfett in trockener Rohfaser.

Bei Anwendung von 60 ccm konz. HCl, 1stündiger Erhitzungszeit mit Säure und nur ½stündiger Erhitzungsdauer mit Lauge resultiert demnach eine Rohfaser von demselben geringen Pentosan-, Stickstoff- und Fettgehalt wie bei Anwendung von 50 ccm konz. HCl und von je 1stündigem Erhitzen mit Säure und Lauge.

Es ist also selbst die doppelte Erhitzungsdauer mit Lauge nicht imstande, alles Eiweiß und Fett zu lösen: sie vermindert vielmehr zu sehr den Rohfaserwert durch Angriff der Zellulose.

Uebrigens sind auch die nach der quantitativen Zellulosebestimmung von B. Tollens erhaltenen Zellulosen nicht ganz stickstoffrei. So enthält nach

den Untersuchungen von Dmochowski und Tollens [1]) Zellulose aus Weizenstroh mit 35,53 % Zellulose 0,11 % N, Zellulose aus Baumwollsaatmehl mit 3,47 % Zellulose 0,35 % N, also im Durchschnitt ebensoviel N als die Treberrohfaser.

Die schwere Löslichkeit der noch vorhandenen durch Aether extrahierbaren Bestandteile ist jedenfalls darauf zurückzuführen, daß sie vielleicht aus schwer verseifbaren wachsartigen Körpern, wenn nicht aus unverseifbarem Phytosterin, bestehen. Diese lassen sich aber leicht durch längeres Auswaschen und Stehenlassen mit Aether aus der Rohfaser herauslösen, was folgender Versuch bestätigt:

Es wurden 2,9876 g Rohfaser aus Trebern durch Anwendung von 60 ccm konz. HCl und 1stündigem Erhitzen und von 50 ccm 5%ig. Kalilauge und $^1/_2$stündigem Erhitzen hergestellt. Nach Auswaschen mit viel heißem Wasser wurde einmal mit Alkohol nachgewaschen und dann die Rohfaser 25 Minuten lang mit Aether stehen gelassen. Dabei wurden noch 0,047 g gelöst, was dem noch in der Rohfaser verbleibenden Rohfett von ca. 1,5 % beim flüchtigen Auswaschen mit Aether entspricht.

Man läßt daher nach dem Auswaschen mit heißem Wasser und Alkohol die Rohfaser im Goochtiegel ca. 30 Minuten lang mit Aether stehen.

Die im Vorhergehenden angeführten Versuche mit Treber beweisen, daß zur quantitativen Rohfaserbestimmung in Trebern dieselben Bedingungen die

[1]) l. c.

günstigsten sind, wie sie für die Rohfaserbetimmung in Gerste erkannt wurden, nämlich:

1. Anwendung von 60 ccm konz. Salzsäure und 1 Stunde Erhitzungsdauer.
2. Anwendung von 50 ccm 5%ig. Kalilauge und $^1/_2$ Stunde Erhitzungsdauer.

Da für zwei bezüglich ihres Rohfasergehaltes so verschiedene Materialien wie Gerste und Treber diese Bedingungen mit Erfolg zur Anwendung gelangten, so wird man sie auch verwenden können zur Rohfaserbestimmung in allen ähnlichen Nahrungs- und Futtermitteln nur muß man dabei beachten, daß die angewandten Substanzmengen ungefähr im umgekehrten Verhältnis zu dem entsprechenden Rohfasergehalt der Materialien stehen. —

Es schien mir nun von Interesse die Ergebnisse, welche mit meinem Verfahren der Rohfaserbestimmung erzielt wurden, noch zu vergleichen mit denen, welche das neuerdings von Dmochowski und Tollens [1]) angegebene liefert, ferner zu untersuchen, wie sich die nach ersterem erhaltene Rohfaser bei der Behandlung mit Salpetersäure verhält.

Quantitative Zellulosebestimmung von Dmochowski und Tollens.

Beschreibung der Zellulosebestimmung.

Ca. 3 g der feingepulverten Substanz werden in einer Wattenbergschen Schale mit blauem 200 ccm

[1]) l. c.

angebenden Rade genau nach der Hennebergschen Vorschrift mit je 200 ccm $1^1/_4$ %ig. H_2SO_4, Wasser, $1^1/_4$ %ig. KOH und Wasser nacheinander ausgekocht.

Der in $1^1/_4$ %ig. H_2SO_4, $1^1/_4$ %ig. KOH und Wasser unlösliche Rückstand wird dann in einem mit Asbest versehenen Goochtiegel gespült, gewaschen und fest angesogen, um das Wasser möglichst zu entfernen.

Der Tiegelinhalt wird darauf verlustlos in ein 100 ccm fassendes Becherglas gebracht, mit soviel Salpetersäure von 1,15 spez. Gew. übergossen, daß er mit der Flüssigkeit oben bedeckt wird (25—40 ccm) und unter öfterem Umrühren mit einem Glasstab im Wasserbad auf ca. 80° erwärmt.

Nach 1stündigem Erwärmen bringt man die noch gelb gefärbte Substanz verlustlos in die Schale zurück, saugt die HNO_3 mit dem Carmichaelschen Filtrierknopf ab, und kocht mit Wasser aus, bis die gelbe Farbe ganz verschwunden oder heller geworden ist. Bei holzartigen, ligninhaltigen Substanzen empfiehlt es sich, den in Salpetersäure unlöslichen Rückstand noch $^1/_2$ Stunde lang mit 2 % NH_3 auf dem Wasserbade zu behandeln, die braune Flüssigkeit abzusaugen und den Rückstand zweimal mit Wasser auszukochen.

Dann filtriert man wieder durch den Goochtiegel, läßt einige Zeit ($^1/_4$—$^1/_2$ Std.) Alkohol und Aether einwirken, trocknet bei 105—110° bis zum konstanten Gewicht, wägt, verascht im Muffelofen und wägt wieder.

Als Differenz beider Gewichte findet man die aschenfreie Zellulose.

Bei sehr voluminösen aufgequollenen Substanzen dauert das Filtrieren durch den Goochtiegel lange, und es ist zeitsparend, einen größeren Trichter mit eingelegter durchlöcherter Porzellanplatte, welche mit einer dünnen Asbestschicht bedeckt ist, anzuwenden.

Die erhaltene Zellulose ist vermindert (denn Schwefelsäure, Kali, Salpetersäure greifen Zellulose an) und wird daher mit dem Faktor 1,117 oder rund 1,1 multipliziert.

Anwendung der Zellulosebestimmung auf Treber.

Ergebnis:

Gefundene Zellulose:

a) 13,1 %
b) 12,3 % Zellulose; Mittel: 12,7 % Z.

Zellulosewerte nach der Multiplikation mit dem Faktor:

a) 14,41 %
b) 13,53 % Zellulose; Mittel: 13,97 % Z.

Behandlung der nach dem neuen Verfahren erhaltenen Rohfaser mit Salpetersäure nach Tollens.

Ergebnis:

Gefundene Zellulosewerte:

a) 11,47 %
b) 12,17 % Zellulose; Mittel: 11,82 % Z.

Zellulosewerte nach der Multiplikation mit dem Faktor:

a) 12,62 %
b) 13,39 % Zellulose; Mittel: 13,0 % Z.

Der nach der Tollensschen Methode erhaltene Zellulosewert von 13,97 % stimmt verhältnismäßig gut mit dem Rohfaserwert meiner Methode (13,58) überein. Sie differieren nur um 0,39 %, was bei der Verschiedenartigkeit der Methoden leicht denkbar ist.

Wendet man bei der Zellulosebestimmung nach Tollens statt der alten Weendermethode die neue an, so erhält man den Zellulosewert von 11,82, also einen fast um 1 % kleineren als bei Anwendung der Weender Methode resultiert. Multipliziert man diesen Wert mit dem Tollensschen Faktor von 1,1, so erhält man den Zellulosewert 13,0, der dem nach der neuen Rohfaserbestimmung erhaltenen Wert näher liegt; der aber immer noch etwas zu klein ist. Um also einen dem Tollensschen entsprechenden Zellulosewert bei Anwendung meiner Methode zu erhalten, müßte der Reduktionsfaktor größer sein und zwar statt 1,1 1,18 betragen. Die Zellulose meiner Treberrohfaser muß also bei der Behandlung mit Salpetersäure nach der Tollenschen Bestimmung mehr angegriffen werden als die der Weender Treberrohfaser. Dies ist auch leicht erklärlich. Meine Treberrohfaser ist nämlich fast pentosanfrei, während die Weender Rohfaser nicht unbedeutende Mengen Pentosane enthält. Bei der Behandlung dieser Rohfaser mit Salpetersäure von 1,15 spez. Gew. werden vielleicht zuerst die Pentosane

gelöst bezw. oxydiert, bis ein Angriff der Zellulose selbst erfolgt, während bei meiner Rohfaser infolge ihrer Reinheit oder dadurch, daß sie durch die Vorbehandlung leichter angreifbar wurde, ein sofortiger Angriff stattfinden kann. Demnach müßte während der 1stündigen Erhitzungsdauer mit Salpetersäure von meiner Rohfaser mehr Zellulose zerstört werden als von der der Weender Methode.

Schon aus diesem Grunde wird meine Rohfaserbestimmungsmethode für die quantitative Zellulosestimmung von Tollens statt der Weender Methode nicht in Betracht kommen, trotzdem sie ein bedeutend angenehmeres Arbeiten gestattet und rascher zum Ziel führen würde. Denn was die Ausführbarkeit der Tollensschen Zellulosebestimmung betrifft, so ist sie sehr umständlich, schon deshalb, weil sie sich auf die alte Weender Methode aufbaut. Uebrigens hätte es gar keinen Zweck, meine Methode mit der Zellulosebestimmung von Tollens zu kombinieren, denn jene führt allein zu günstigen Resultaten.

Meine quantitative Rohfaserbestimmung bietet nicht nur einen vollwertigen Ersatz für die Weender Methode, sondern für alle bis jetzt existierenden Rohfaser- bezw. Zellulosebestimmungsmethoden, denn sie besitzt folgende Vorteile:

1. Sie ist bequem, ohne besondere Schwierigkeit und in verhältnismäßig kurzer Zeit ausführbar.
2. Sie liefert Werte, die mit den korrigierten Weender Rohfaserwerten sowie mit den Tollensschen Zellulosewerten ziemlich gut übereinstimmen.

3. Sie ergibt fast pentosanfreie und demnach auch ziemlich ligninfreie Rohfaser.
4. Sie hat ferner fast stickstoffreie und nach dem Auswaschen mit Aether fettfreie Rohfaser zur Folge.

Schließlich sei das von mir ausgearbeitete Verfahren zur Rohfaserbestimmung noch einmal zusammenfassend beschrieben.

Es werden zur Rohfaserbestimmung für Materialien bis zu einem mittleren Rohfasergehalt 3 g Substanz, für solche von höherem bezw. sehr hohem 2 bezw. 1,5 g Substanz zur Anwendung gebracht.

Die genau abgewogene bis zur Mehlfeinheit gemahlene Substanz wird quantitativ in ein 300 ccm fassendes Soxhletfläschchen gegeben, wie solche für die Milchsterilisation in Gebrauch sind. Vorher werden 20 ccm destilliertes Wasser in das Fläschchen gebracht. Ist die Substanz darin fein verteilt, wird 60 ccm konz. Salzsäure zugegeben, gut durchgeschüttelt und 10 Minuten stehen gelassen. Hierauf wird mit siedend heißem Wasser auf 200 ccm aufgefüllt, das Fläschchen in das kochende Wasser des Inversionstopfes gebracht und darin eine Stunde lang erhitzt unter beständigem Durchsaugen eines langsamen Luftstromes. Zu diesem Zweck wird auf das Soxhletfläschchen ein doppelt durchbohrter Gummistopfen dicht aufgesetzt, durch dessen Bohrungen zwei dünne Glasröhrchen gehen: ein langes, das bis auf den Boden des Fläschchens führt, und ein kurzes, das unter dem Stopfen endigt. Das kurze Röhrchen verbindet man durch einen dünnen Saugschlauch mit

der Pumpe, die, sehr wenig geöffnet, einen langsamen Luftstrom durch die Flüssigkeit saugt.

Nach genau einstündigem Erhitzen mit Salzsäure wird das Soxhletfläschchen aus dem Inversionstopf herausgenommen, der Gummistopfen mit den Glasröhrchen entfernt unter Abspülen der letzteren mit Wasser. Nach Absetzenlassen des ungelösten Rückstandes, was nur kurze Zeit in Anspruch nimmt, wird die darüber stehende salzsaure Flüssigkeit mit folgender Vorrichtung möglichst vollständig abgesaugt.

In das kurze Ende einer Glasröhre von ca. 30 cm Länge und ca. 7 mm lichter Weite, die in einer Entfernung von ca. 2 cm von einem Ende mit dem Gebläse etwas verengert worden ist, schiebt man eine Flocke gerollte Glaswolle sehr locker hinein, so daß ein kurzes Stückchen derselben, ca. $^1/_2$—1 cm, aus der Glasröhre herausragt. Diese führt man dann nahe bis an die Oberfläche des abgesetzten festen Rückstandes heran, aber so, daß die herausragende Glaswolle damit nicht in Berührung kommt; dann klemmt man das Filtrierröhrchen mit einem Korkstück am Hals des Fläschchens fest und verbindet mit der Saugflasche durch einen Schlauch mit Klemmschraube.

Das Absaugen der salzsauren Flüssigkeit geschieht nun in der Weise, daß man zuerst die Klemmschraube schließt, dann durch geringes Oeffnen des Hahns der Wasserluftpumpe langsam saugt und hierauf die Klemmschraube solange aufdreht, bis sich die klare salzsaure Lösung in einem dünnen Strahl in die Saugflasche ergießt. Ist die Flüssigkeit möglichst

vollständig abgesaugt, so löst man die Verbindung zwischen Filtrierröhrchen und Saugflasche, stößt dann mit einem dünnen Glasstab die Glaswolle aus dem Röhrchen in das Soxhletfläschchen und spült das Glasröhrchen innen und außen mit heißem Wasser ab, um daran haftende feste Bestandteile des Rückstandes davon zu entfernen.

Man neutralisiert jetzt die Reste der noch im Fläschchen verbleibenden salzsauren Flüssigkeit mit Lauge. Gewöhnlich erkennt man das Ende der Neutralisation am dunkelsten Farbenumschlag; auf alle Fälle ist es besser, den Punkt der Neutralisation mit Lackmuspapier zu kontrollieren.

Nachdem man die neutralisierte Flüssigkeit mit 50 ccm 5%iger Kalilauge versetzt hat, wird mit siedend heißem Wasser auf 200 ccm aufgefüllt und wiederum unter langsamem Durchsaugen von Luft genau $^1/_2$ Stunde im kochenden Wasserbad erhitzt. Die heiße, alkalische Lösung wird dann sofort durch einen Porzellan-Goochtiegel von ca. 4,5 cm Höhe und ca. 4 cm oberen Durchmesser filtriert, auf dessen Boden sich ein ausgeglühtes Asbestpapier-Scheibchen und darüber eine nicht zu dünne lockere Schicht von ausgeglühtem gewaschenem Asbest befindet.

Auf diese Filtrierschicht von ca. $^1/_2$ cm Höhe wird alsdann die Rohfaser samt der Glaswolle gegeben, mit ca. 500 ccm heißem Wasser ausgewaschen, mit Alkohol nachgewaschen und schließlich mit Aether ca. $^1/_2$ Stunde stehen gelassen.

Hierauf wird der Aether vollständig abgesaugt, der Goochtiegel in ein Trockengläschen eingesetzt

und 2 Stunden lang bei 100—105° getrocknet. Das Trockengläschen mit Goochtiegel wird nach dem Trocknen und darauffolgenden Erkalten gewogen.

Zur Veraschung der Rohfaser wird nun der Goochtiegel in einen Hesseschen Chamottetiegel von

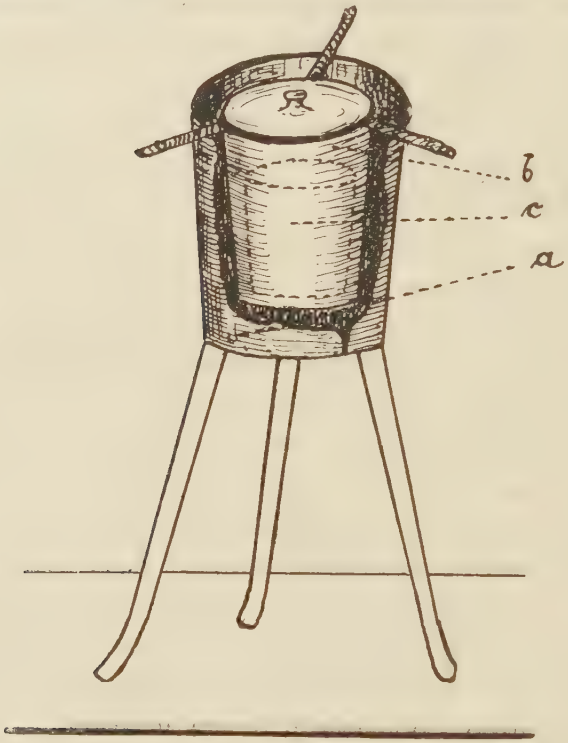

Abb. 6.

a. Dreifuß. b. Chamottetiegel. c. Goochtiegel.

ca. 7 cm Höhe und ca. 5 cm oberer lichter Weite eingesetzt und dieser auf einem Dreifuß von obenstehender Form mit blasendem Teclubrenner zuerst unbedeckt und zuletzt bedeckt erhitzt. Der Dreifuß besteht aus einem unten etwas konischen Zylinder

aus Eisenblech von ca. 10 cm Höhe, 8 cm oberer und 6,5 cm unterer lichter Weite; er ist innen mit Asbest ausgekleidet und ruht auf drei Füßen.

Nach dem Erkalten wird der Goochtiegel mit dem Trockengläschen wieder gewogen.

Die Differenz zwischen der ersten und zweiten Wägung ergibt dann die Menge der aschenfreien Rohfaser.